



# Sprawozdanie z działalności naukowo-badawczej w latach 2010-2012



Warszawa, czerwiec 2013

Sprawozdanie z działalności naukowo- badawczej Instytutu Optoelektroniki Wojskowej Akademii Technicznej w latach 2010 - 2012

Warszawa, czerwiec 2013 r.

1. Informacje ogólne	1
2. Zastosowania laserów dużej mocy	7
2.1.1 Wstęp	7
2.1.2 Mikroobróbka i modyfikacja powierzchni polimerów	9
2.1.2.1. Laserowo-plazmowe źródło skrajnego nadfioletu (EUV) do modyfikacji	
powierzchni	9
2.1.2.2. Wyniki badań morfologii powierzchni naświetlanych materiałów	15
2.1.2.3. Wyniki badań emisji produktów rozkładu polimerów	19
2.1.2.4. Wyniki badań zmian chemicznych w warstwie wierzchniej	21
2.1.3 Mikroskopia w zakresie skrajnego nadfioletu i miękkiego promieniowania	
rentgenowskiego	25
2.1.3.1. Mikroskopia w zakresie skrajnego nadfioletu EUV	26
2.1.3.2. Mikroskopia w zakresie miękkiego promieniowania rentgenowskiego SXR	35
2.1.4 Plazma wytwarzana w wyniku fotojonizacji gazów	44
2.1.4.1. Układ eksperymentalny	44
2.1.4.2. Pomiary widmowe	45
2.1.4.3. Obrazy plazmy	47
2144 Podsumowanie	49
2.2. Beznośradnia Jaserowa technologia obróbki i modyfikacji warstw wierzchnich	50
2.2. Bezposrednia laserowa technologia obrobki r modynkacji warstw wierzchnich	
2.2.1. Wstęp	
Eksnerymentalna	52
2 2 2 1 Modele rozkładów temperatur, gestości i ciśnień w próbce dwuwarstwowej	
(grafit aluminium)	53
2 2 2 2 Modele rozkładów temperatur w modelu czterowarstwowym (Cr. Cu. Al. kwarc)	
– wytwarzanie intermetalu	54
2.2.2.3. Modele rozkładów temperatur w układzie czterowarstwowym (nawarstwienie-	
sjarczki srebra. Au. Ag. papier)	59
2.2.3 Wytwarzanie jedno dwu- i trójwymiarowych struktur periodycznych	69
2.2.3.1. Interferencja "2 + 2" skrzyżowanych wiązek laserowych	70
2.2.3.2. Analiza numeryczna jednoczesnego oddziaływania interferujących wiązek	
laserowych z materia	72
2.2.3.3. Wyniki obliczeń numerycznych	73
2.2.4. Badania eksperymentalne periodycznego strukturowania powierzchni metali	78
2.2.4.1. Układ eksperymentalny interferometru – laser dwukanałowy	78
2.2.4.2. Wyniki eksperymentalne periodycznego strukturowania powierzchni metali	79
2.2.4.3. Podsumowanie	84
3. Analiza i badania laserów ciała stałego pompowanych wiazkami światła	.85
3.1. Wstep	85
3.2. Układy optyczne formujące wiązki pompujące	85
3.3. Modelowanie i optymalizacja laserów guasi-trójpoziomowych	87
3.3.1. Optymalizacja energii wyjściowej lasera QTP	88
3.3.2. Analiza temperaturowa lasera Yb:YAG	92
3.4. Badanie generacji lasera hybrydowego Er:YAG	96
3.4.1. Koncepcja lasera hybrydowego Er:YAG	96
3.4.2. Badania spektroskopowe ośrodka Er:YAG	97
3.4.3. Badania lasera Er:YAG	98

### Spis treści

3.5. Analiza i badania hybrydowego lasera Ho:YAG	103
3.5.1. Wstęp	103
3.5.2. Badania lasera pompującego	103
3.5.3. Schemat badanego lasera i stanowiska pomiarowego	104
3.5.4. Badania lasera holmowego w reżimie generacji swobodnej	.105
3.5.5. Badania generacji impulsowej hybrydowego lasera holmowego	105
3.6. Badania pompowanego diodowo lasera Tm:YLF	108
3.6.1. Układ pompujący	108
3.6.2. Badania generacji lasera podczas generacji swobodnej	111
3.6.3. Badania generacji lasera z modulacja dobroci	.113
3.7. Laser Nd:YAG pompowany poprzecznie matrycami diod laserowych dużej mocy	115
3.7.1. Głowica lasera NdYAG pompowana poprzecznie diodami laserowymi	115
3.7.2. Charakterystyki pompy diodowei	
3.7.3. Badania generacii swobodnei	
3.7.4. Badania generacji monoimpulsowej	.118
3.8. Światłowodowe układy laserowe typu MOPA	120
3.8.1 Układ MOPA @ 1 um	120
3.8.2 Układ MOPA @ 1.55 um	120
3.8.3 Układ MOPA @ 2 um	174
3.9 Generatory supercontinuum średniej podczerwieni	126
3.9.1. Generacia supercontinuum w pasywnym światłowodzie krzemionkowym	126
3.9.2. Generacja supercontinuum w tulowych światłowodach krzemionkowych	120
3.9.3. Generacia supercontinuum w światłowodach fluorkowych (7BLAN)	130
4. Optoelektroniczne urządzenia i systemy teledetekcyjne	135
4.1. Wstęp	135
4.2. Lidar do wykrywania zagrożeń biologicznych	136
4.3. Profilometr reflektancyjny	.137
4.4. System STOPFIRE	139
4.5. Moduł dalmierza laserowego 905 nm	141
4.6. Prędkościomierz laserowy	142
4.7. System identyfikacji swój-obcy	143
4.8. Optoelektroniczne czujniki wybuchu jądrowego	144
4.8.1. Czujnik promieniowania fali ognistej	144
4.8.2. Czujnik NEMP	145
4.8.3. Czujnik fali uderzeniowej	145
5. Zastosowania spektroskopii optycznej w charakterystyce zwiazków chemicznych i biologicznyc	h
oraz medycynie	147
5.1. Zastosowanie spektroskopii optycznej w badaniach symulantów oraz interferentów	
bojowych środków biologicznie czynnych	148
5.1.1. Wstep	148
5.1.2. Badania i analiza widm absorpcyinych zakresie UV. VIS i IR	148
5.1.3. Badania i analiza charakterystyk rozproszeniowych	
5.1.4. Badania i analiza widm fluorescencyinych	151
5.1.5. Opracowanie bazy charakterystyk spektralnych dla symulantów i interferentów	153
5.1.6. Podsumowanie	154
5.2. Zdalne wykrywanie i identyfikacja wybranych przemysłowych zanieczyszczeń atmosfery	.155
5.2.1. Wstęp	155
5.2.1. Badania spektroskopowe wybranych związków chemicznych oraz pomiary laserowe	
ich absorpcji – weryfikacja otrzymanyc rezultatów	.155

5.3. Badania charakterystyk parametrów wyjściowych laserów (moc, energia, mo	odowość,
kształt impulsu) oraz detektorów wraz z zespołami	159
5.3.1. Wyniki badań parametrów wyjściowych laserów	159
5.3.2. Opracowanie, wykonanie i badania układu obróbki elektronicznej wraz	Z
zobrazowaniem wyników pomiarowych	160
5.3.3. Zestawienie i badania laboratoryjne układu lidarowego DIAL	161
5.3.4. Badania zdalnego układu detekcji	
5.3.5. Badania polowe demonstratora lidarowego w różnych warunkach pogo	dowych164
5.4. System detekcji śladowych ilości gazów w zakresie podczerwieni	166
5.4.1. Wprowadzenie	166
5.4.2. Opis wykonanego systemu	
5.4.3. Wyniki badań systemu	
5.5. Charakterystyka i klasyfikacja biopaliw z wykorzystaniem metod spektroskop	owych169
5.5.1. Materiał i metoda	
5.5.2. Wyniki	
5.5.3. Podsumowanie	173
5.6. Analiza i badania charakterystyk fluorescencyjnych (stacjonarnych i czasowo	rozdzielczych)
symulantów i interferentów Bojowych Środków Biologicznych (BSB)	
5.6.1. Wstęp	174
5.6.2. Badania laserowo wzbudzanej fluorescencji materiałów biologicznych	
5.6.3. Metodyka badań LIF	174
5.6.4. Wyniki	
5.6.5. Wnioski	179
5.7. System wykrywania i identyfikacji niebezpiecznych substancji chemicznych	
5.7.1. Wprowadzenie	
5.7.2. Opis systemu	
5.7.3. Wyniki badań	
5.8. Wpływ parametrów fizykochemicznych na efektywność reakcji fotodynamicz	znej z udziałem
fotouczulaczy porfirynowych i ich pochodnych w warunkach in vitro	
5.8.1 Wstęp	
5.8.2. Wpływ PDT na tworzenie kolonii komórek nowotworowych	
5.8.3. Wpływ PDT na żywotność komórek nowotworowych	
5.8.4. Wpływ PDT na indukcję apoptozy	
6. Radania w obszarze nanotechnologii	103
6.1. Osadzanie warstw weglowych metodami plazmowymi na poliuretanie. Chro	
nlanowanym do zastosowania w programie – Polskie Sztuczne Serce"	193
6 1 1 Whrowadzenie	193 193
6.1.2 Stanowisko do osadzania cienkich warstw	196
6 1 3 Diagnostyki	190
6.1.4 Eksnervment	198
6 1 5 Analiza wyników badań	200
6 1 5 Podsumowanie	212
6.2 Nanostruktury plazmonowe do modyfikacij charakterystyk snektralnych sub	stancii
chemicznych i hiologicznych	212
6 2 1 Wsten	
6 2 2 Nanostruktury wytwarzane w drodze syntezy chemicznej	
6.2.3. Nanostruktury wytwarzane za nomoca urządzeń próżniowych	210
s.=.or ranost antary mythanzane za pomotą arządzen prozinowychananan	·····

7. Metrologia optoelektroniczna w realizacji priorytetowych kierunków badań z obszaru technik	i aaa
	223
7.1. Laserowy system do zdalnego wykrywania materiałów wybuchowych i innych substancji	222
niebezpiecznych metodą spektroskopii piazmy wzbudzanej iaserowo	223
7.1.1. Zastosowanie metody spektroskopii plazmy wzbudzanej laserowo do detekcji słado ilości materiałów wybuchowych	wych
7.1.2. Rozwiazanie konstrukcyjne sensora materiałów wybuchowych	225
7 1 3 Ekstrakcia informacii z svonałów snektralnych promieniowania plazmy wzbudzanej	
laserowo	227
7.1.4. Podsumowanie	234
7.2. Modelowanie komputerowe oddziaływań wysokoenergetycznych	237
7.2.1. Wstep	237
7.2.2. Wybuchowe formowanie pocisków	238
7.2.3. Formowanie strumieni kumulacyjnych	241
7.2.4. Uderzenia pocisków w osłony szklane i ceramiczne	244
7.2.5. Uderzenia pocisków w pancerze stalowe i kompozytowe	247
7.2.6. Niszczenie min morskich ładunkami kumulacvinymi	251
7.2.7. Badanie właściwości wytrzymałościowych tantalu	253
7.2.8. Oddziaływanie impulsów laserowych z materia	257
8. Metody monitoringu obiektów infrastruktury krytycznej z wykorzystaniem wielowidmowych	
systemow optoelektronicznych	261
8.1. Fotografia laserowa - wizualizacja informacji przestrzennej	262
8.1.1. Wstęp	262
8.1.2. Metoda kadrowania przestrzenno-czasowego	262
8.1.3. Urządzenie fotografii laserowej - system obserwacyjny	271
8.1.4. Wynika badań urządzenia i systemu - Wizualizacja informacji przestrzennej	275
8.1.5. Podsumowanie	282
8.2. Terahercowa metoda wykrywania ukrytych materiałów niebezpiecznych	283
8.2.1. Terahercowa spektroskopia w dziedzinie czasu (TDS)	283
8.2.2. Spektroskopia transmisyjna	284
8.2.3. Spektroskopia odbiciowa	286
8.2.4. Budowa detektora	288
8.2.5. Zestaw do generacji i detekcji impulsów THz wraz z przystawką do pomiarów	200
	289
8.2.6. Budowa układu optycznego	289
8.2.7. Budowa stolika uchylno-przesuwnego	291
8.2.8. Kontroler detektora i Hz	292
8.2.9. Identyfikacja z wykorzystaniem metody PCA	293
8.2.10. Oprogramowanie Detektora I Hz.	294
8.2.11 Moduł przetwarzania sygnałow i identyfikacji materiałow	295
8.2.12 Wyniki badan	297
8.2.13. Ucena efektywnosci detektora THZ	298
8.2.14. Podsumowanie	302
8.3 Zintegrowany, wieloczujnikowy system do nawodnej i podwodnej ochrony portu morsk	303
8.3.1. Wstęp	303
8.3.2. Założenia funkcjonalne wieloczujnikowego systemu monitorowania powierzchni	204
nazienniej i nawounej oraz przesu zeni pouwouliej	207
o.5.5. Kuncepuja zintegrowanego demonstratora technologii	
o.5.4. Daudilla poligonowe zestawu raudi u r Kamer demonstratora systemu ochrony	211
nawounej	11C
	525

9. Optoelektroniczne sensory do zastosowań w medycynie, ochronie środowiska i bezpieczeństy	wie
państwa	325
9.1. Optoelektroniczny sensor ditlenku azotu	325
9.1.1. Idea pracy sensora NO <sub>2</sub>	325
9.1.2. Wybór pasma absorpcji ditlenku azotu	328
9.1.3. Analiza parametrów elementów składowych sensora NO <sub>2</sub>	329
9.1.4. Kalibracja czujnika NO <sub>2</sub>	334
9.1.5. Badania czujnika $NO_2$	335
9.1.6. Podsumowanie	337
9.2. Optoelektroniczne sensory materiałów wybuchowych	338
9.2.1. Wybór widm absorpcyjnych tlenku i tlenku diazotu	338
9.2.2. Analiza wpływu wybranych czynników na czułość sensorów NO i N <sub>2</sub> O	340
9.2.3. Analiza wyboru laserów kaskadowych do pasm NO i N2O	340
9.2.4. Układ opto-mechaniczny sensora	343
9.2.5. Projekt sensora do wykrywania NO i N <sub>2</sub> O	345
9.2.6. Układ pobierania próbek	345
9.2.7. Podsumowanie	350
9.3. Bezprzewodowy system łączności optycznej w zakresie spektralnym 8–12 mikrometrów.	351
9.3.1. Układ odbiorczy łącza	351
9.3.2. Budowa modułu nadawczego i odbiorczego	353
9.3.3. Badania łącza FSO w warunkach laboratoryjnych i terenowych	355
9.3.4. Podsumowanie	363
9.4. Układy sterowania kwantowych laserów kaskadowych	365
9.4.1. Wprowadzenie	365
9.4.2. Laboratoryjne układy sterowania kwantowych laserów kaskadowych	366
9.4.3. Zintegrowany sterownik laserów kaskadowych na potrzeby laserowej łączności w	
otwartej przestrzeni	368
9.4.4. Zintegrowany sterownik laserów kaskadowych na potrzeby laserowej spektroskopi	i
absorpcyjnej	369
9.4.5. Podsumowanie	371
10. Prace badawczo rozwojowe dotyczące modernizacji przeciwlatniczego zestawu rakietowego	`
CPOM_M	, 272
10.1. Opracowanie modelu dwuspektralnej odnornej na zakłócenia termalne o podwyższone	
10.1. Opracowanie modelu uwuspektrainej oupornej na zakiocenia termaine o pouwyzszone wykrywalpości głowicy samonaprowadzającej GSN do przepośnego przeciwlotniczego	: <b>)</b>
wykrywaniości głowicy sanonaprowadzającej Osiw do przenosnego przeciwiotniczego zastawu rakietowogo. GROM $_{\sim}$ M"	272
10.2 Opracowanie modelu przedziału bojowego z optaelektronicznym zapalnikiem	
zbliżoniowym przezzoszym do przepośnago przeciwlotnicznym zapalnikiem	<b>`</b>
	י כדכ
10.3. Opracowanie układu autoryzacji dostenu wraz z układem wyłaczania przesuniecja pupl	
trafiania do przopoźnogo przeciwletniczogo zostawu rakiotowogo CPOM"	u 275
10.4. Opracowanie modelu przedziału sterowania z elektrycznym proporcionalnym wychylar	
storów przezopogo do zostawu rakietowogo. GPOM M"	276
11. Kamery termowizyjne z matrycowymi detektorami mikrobolometrycznymi i fotonowymi	
w zastosowaniach	377
11.1. Wstęp	377
11.2. Termowizyjny celownik strzelecki	377
11.3. Kamera termowizyjna z matrycą detektorów fotonowych zakresu LWIR	383
11.4. Lornetka obserwacyjno-pomiarowa z dalmierzem laserowym bezpiecznym dla oka, kan	nerą
termowizyjną, odbiornikiem GPS i kompasem elektronicznym	385
11.5. Kamera termowizyjna z matrycą detektorów fotonowych zakresu MWIR	391
11.6. Lokalizacja i wykrywanie strzelca wyborowego (snajpera)	396

Załącznik nr 1	399
A. Artykuły naukowe	401
A1. Artykuły z listy A wg MNiSW	401
A2. Lista B wg MNiSW ( artykuły spoza listy filadelfijskiej)	409
A3. Lista C wg MNiSW ( recenzowane materiały z konferencji międzynarodowych indeks	sowane
w bazach Web of Science lub SCOPUS)	415
B. Wykaz monografii naukowych Instytutu Optoelektroniki powstałych w latach 2010-2012	2421
B1. Wykaz monografii naukowych w języku angielskim	421
B2. Wykaz monografii naukowych w języku polskim	421
B3 Wykaz redagowanych monografii wieloautorskich, w których zamieszczono rozdział	У
opracowane przez pracowników jednostki	421
B4. Wykaz rozdziałów w monografiach naukowych w językach: angielskim, niemieckim,	
francuskim, hiszpańskim, rosyjskim lub włoskim	422
B5. Wykaz rozdziałów w monografiach naukowych w języku polskim	422
Załącznik nr 2	427
A. Wykaz projektów finansowanych ze źródeł zagranicznych z Programów Unii Europejskiej	429
B. Wykaz projektów finansowanych ze innych źródeł zagranicznych	429
C. Wykaz projektów finansowanych ze źródeł krajowych	430
D. Wykaz Prac Badawczych Statutowych	436
Załącznik nr 3	437
A. Wykaz patentów uzyskanych przez pracowników Instytutu Optoelektroniki	
w latach 2010-2012	439
B. Wykaz zgłoszeń patentowych uzyskanych przez pracowników Instytutu Optoelektroniki	
w latach 2010-2012	440
C. Wykaz nagród i wyróżnień uzyskanych przez pracowników Instytutu Optoelektroniki	
w latach 2010-2012	441

### 1. Informacje ogólne

Instytut Optoelektroniki składa się z 4 Zakładów i Akredytowanego Laboratorium Badawczego. Zakłady tworzy 14 Zespołów Badawczych (patrz tabela 1.1.).

Tabela 1.1. Wykaz zakładów i zespołów badawczych IOE

(ostania kolumna zawiera nr rozdziału sprawozdania przygotowanego przez dany zespół)

Nazwa zakładu	Nazwa Zespołu	Nr rozdz.	
Zakład Techniki	Zespół Oddziaływania Promieniowania Laserowego z Materią	2	
Laserowej	Zespół Zastosowań Laserów		
	Zespół Optyki Laserów	2	
	Zespół Laserów Ciała Stałego	J	
	Zespół Laserowej Teledetekcji	4	
Zakład	Zespół Technologii Optycznych		
Optoelektronicznych	Zespół Spektroskopii Optycznej	5	
. ,	Zespół Biochemii		
	Zespół Nanotechnologii Laserowych	6	
Laboratorium Akredytowane	Zespół Metrologii Laserowej	7	
Zakład	Zespół Systemów Bezpieczeństwa	8	
Systemów Optoelektronicznych	Zespół Detekcji Sygnałów Optycznych	9	
. , , , , ,	Zespół Elektroniki Kwantowej	10	
Zakład Techniki Podczerwieni i Termowizji	Zespół Termodetekcji i Termowizji	11	

Obecnie (w 2013 r.) w IOE zatrudnionych jest 144 pracowników zajmujących się działalnością naukowo-badawczą (patrz tabela 1.2.) w tym: 22 samodzielnych pracowników naukowych (10 profesorów), 64 doktorów i 58 magistrów. Nauki techniczne reprezentuje 116 pracowników w tym elektronikę – 98, inżynierię materiałową – 9, inne nauki techniczne – 9. Nauki fizyczne reprezentuje 14, nauki chemiczne 12, a nauki medyczne 2 pracowników IOE.

Dziedzina	prof.	dr hab.	dr	mgr	Razem
Nauki techniczne	8	8	53	47	116
Nauki chemiczne	0	2	6	4	12
Nauki fizyczne	1	1	5	7	14
Nauki medyczne	1	1	0	0	2
Razem	10	12	64	58	144

Tabela 1.2. Zbiorczy wykaz pracowników IOE

Ze względu na doświadczenia naukowe pracowników oraz genezę Instytut ma charakter interdyscyplinarny, w poszczególnych zespołach pracują pracownicy reprezentujący różne specjalności i dziedziny nauki. Obecnie prowadzone są w Instytucie badania podstawowe, prace badawczo rozwojowe i wdrożeniowe oraz badania przemysłowe w następujących obszarach nauki i techniki:

- lasery ciała stałego i lasery rentgenowskie
- systemy laserowe dużej mocy, broń laserowa
- optyka i elektronika laserów
- dalmierze laserowe, desygnatory celu i oświetlacze laserowe
- technika lidarowa
- metrologia promieniowania rentgenowskiego i skrajnego nadfioletu (EUV)
- fizyka i technika podczerwieni
- fizyka i technika terahercowa
- materiały i technologie optyczne
- metrologia optyczna i optoelektroniczna
- spektroskopia optyczna
- detekcja sygnałów optycznych
- projektowanie i analiza systemów optycznych
- komputerowe modelowanie procesów fizycznych
- technologie cienkowarstwowe
- techniki zobrazowania multispektralnego
- oddziaływanie promieniowania laserowego z materią
- laserowa renowacja zabytków
- laserowa modyfikacja warstwy wierzchniej materiałów
- optoelektroniczne systemy ochrony
- nanotechnologia
- plazmonika
- biochemia
- biometria

W sprawozdaniu przedstawiono główne wyniki prac badawczych i wdrożeniowych prowadzonych w IOE w latach 2010-2012 r. Prace te finansowane były z różnych źródeł

(patrz rys. 1.1., załącznik nr 2). Wyniki badań prowadzonych w latach 2010 - 2012 opublikowano w 370 publikacjach naukowych (patrz rys. 1.2., załącznik nr 1), uzyskano w tym czasie 9 patentów i dokonano 14 zgłoszeń patentowych (załącznik nr 3).



PBU\*- Prace Badawcze Umowne

Rys. 1.1. Procentowy udział źródeł finansowania działalności Instytutu



Rys. 1.2. Zestawienie publikacji IOE w latach 2010-2012 r.; razem 370

Do najważniejszych wydarzeń i osiągnięć naukowych oraz technicznych Instytutu Optoelektroniki w ostatnich 3 latach można zaliczyć:

#### a) Opracowanie kompaktowego ("table top") mikroskopu w zakresie EUV (rozdz. 2)

W oparciu o laserowo-plazmowe źródło promieniowania w zakresie skrajnego nadfioletu (EUV), które opracowano w WAT, zbudowano eksperymentalny układ do mikroskopii z przestrzenną zdolnością rozdzielczą około 50 nm. Jest to jeden z najlepszych rezultatów na świecie uzyskany za pomocą urządzenia laboratoryjnego. Lepszą rozdzielczość otrzymywano dotychczas za pomocą synchrotronów oraz wielkich systemów laserowych. Mikroskop pozwala na rejestrację obrazów obiektów o rozmiarach poniżej 100 nm przy ekspozycji od kilku do kilkunastu sekund. Został on zastosowany do obrazowania różnego rodzaju obiektów, np. nanorurek polimerowych, ZnO, czy też cienkich warstw. Dzięki wykorzystaniu kontrastu optycznego w zakresie EUV możliwe jest uzyskanie dodatkowej informacji, która jest niemożliwa do otrzymania za pomocą standardowych metod obrazowania z użyciem mikroskopów optycznych oraz mikroskopów SEM.

#### b) Opracowanie systemów lidarowych zdalnej detekcji skażeń chemicznych i biologicznych

W ramach Projektu Badawczego Zamawianego opracowano i wykonano systemy lidarowe do zdalnej detekcji skażeń chemicznych i biologicznych. Powstałe systemy laserowe: LIDAR fluorescencyjno-depolaryzacyjny średniego zasięgu (do 10 km) i LIDAR fluorescencyjny krótkiego zasięgu (300-400m) wykorzystano do zabezpieczenia strefy kibica i monitorowania Stadionu Narodowego w trakcie zorganizowanego w Warszawie turnieju EURO 2012. Wykonane w IOE LIDARY stanowiły element operacyjnego zabezpieczenia EURO. MON planuje wprowadzenie systemów lidarowych na wyposażenie Wojsk Chemicznych w 2014 r. Polskimi lidarami zainteresowane są USA, które sfinansują testy systemów na poligonie w Dugway, Utah. Wykorzystanie lidarów do zabezpieczenia imprez masowych zdecydowanie podniesie poziom bezpieczeństwa uczestników w warunkach rzeczywistego zagrożenia atakiem terrorystycznym.

#### c) Opracowanie zaawansowanych metod detekcji śladowych substancji metodą CEAS o czułości 1 ppb (rozdz. 9)

Opracowano i wykonano przenośny optoelektroniczny czujnik NO<sub>2</sub> pracujący w oparciu o metodę CEAS (ang. Cavity Enhanced Absorption Spectroscopy). Składa się on z modułu laserowego, optycznej wnęki rezonansowej, modułu detekcyjnego, układu przetwarzania sygnału, przetwornika A/C oraz laptopa z oprogramowaniem. Oprogramowanie zapewnia transmisję, archiwizację, przetwarzanie i zobrazowanie danych pomiarowych. Opracowany sensor posiada czułość około 1 ppb, co jest jednym z lepszych wyników w skali międzynarodowej. Został przetestowany do wykrywania śladowych ilości par materiałów wybuchowych oraz w ochronie środowiska naturalnego

#### d) Opracowanie systemu optoelektronicznego StopFire przeznaczonego do tłumienia ppoż. wybuchu do wozów bojowych (rozdz. 4)

Opracowano system optoelektroniczny ppoż. tłumienia wybuchu przeznaczony do wozów bojowych. Zadaniem systemu jest ochrona przedziału załogowego i przedziału silnika. System selektywnie reaguje wyłącznie na cztery zjawiska: wystąpienie strugi kumulacyjnej, ciała wysokotemperaturowego, płomienia oraz wybuchu paliwa. Od momentu wykrycia do momentu ugaszenia upływa ok. 150 ms, co daje szansę przeżycia załodze nawet w tak ekstremalnych

warunkach. Jest to szczególnie istotne w przypadku wybuchu paliwa. System charakteryzuje się wyjątkowo niskim współczynnikiem fałszywych alarmów oraz skutecznością w działaniu przewyższającą znane rozwiązania światowe. System planowany jest na wyposażenie najnowszej, wdrażanej na uzbrojenie polskiej platformy "ANDERS". Licencją na system zainteresowane są kraje NATO.

#### e) Opracowanie termowizyjnych celowników strzeleckich (rozdz. 11)

Opracowano celownik termowizyjny z mikrobolometryczną matrycą detektorów podczerwieni przeznaczony do obserwacji oraz prowadzenia ognia z broni o kalibrze do 12.7 mm włącznie, w dowolnej porze dnia i nocy, a także przy niekorzystnych warunkach atmosferycznych (lekka mgła, zadymienie). Rozpoczęcie produkcji w 2012 r. i wprowadzenie na uzbrojenie ww. celownika stanowi jakościowy przełom w wyposażeniu polskiej armii, znacznie zwiększając bezpieczeństwo i skuteczność działania polskiego żołnierza na współczesnym polu walki. Celownik ma parametry porównywalne z najlepszymi tego typu urządzeniami na świecie. Cechą znamienną celownika jest bardzo mały pobór prądu z baterii zasilających oraz specjalny (opatentowany), umieszczony w okularze, czujnik zapobiegający oświetleniu twarzy użytkownika oraz automatycznie przełączający celownik w tryb oszczędzania energii.

#### f) Modernizację zestawu rakietowego GROM (rozdz. 10)

W konsorcjum z BUMAR AMUNICJA S.A., BUMAR sp.z o.o, CRW TELESYSTEM-MESKO sp.z o.o dokonano modernizacji rakiety przeciwlotniczej GROM. Stosując innowacyjne technologie zwiększono zasięg wykrycia celu powietrznego do poziomu znacznie przewyższającego możliwości zasięgowe rakiety, zwiększono odporność na zakłócenia naturalne i zorganizowane osiągając poziom przewyższający możliwości przeciwdziałania, zwiększono dokładność trafienia umożliwiając zwalczanie małogabarytowych celów powietrznych (BSL). Opracowane zespoły rakiety i mechanizmu startowego zostały zastosowane w zestawach rakietowych sprzedawanych na rynkach zagranicznych. Stały się kluczowymi elementami umożliwiającymi zrealizowanie eksportu do Indonezji (2 kontrakty), Japonii (kontrakt pilotażowy) oraz stały się przedmiotem postępowania przetargowego w Finlandii, Peru, Wietnamie oraz Indonezji.

#### g) Opracowanie źródeł SuperContinuum w średniej podczerwieni (rozdz. 3)

Opracowano zestaw źródeł promieniowania supercontinuum (SC) na jednomodowych światłowodach krzemionkowych oraz fluorkowych z wykorzystaniem jako pomp optycznych, własnych, oryginalnych, impulsowych światłowodowych układów laserowych. Opracowano m.in.: a/ źródło SC oparte na pasywnym światłowodzie krzemionkowym. Uzyskano 2 W mocy średniej w paśmie widmowym (1.3-2.5) µm, b/ źródło SC oparte na światłowodzie krzemionkowym domieszkowanym jonami tulu. Uzyskano 2.37 W mocy średniej w paśmie widmowym, (1.7-2.7) µm, c/ źródło SC oparte na światłowodzie fluorkowym (ZBLAN) pompowanym promieniowaniem o długości fali 1.55 µm. Uzyskano 0.66 W mocy średniej w paśmie (0.9-3.6) µm przy 70% sprawności różniczkowej, d/ źródło SC oparte na światłowodzie fluorkowym (ZBLAN) pompowanym promieniowaniem o długości fali 2 µm. Uzyskano 288 mW mocy średniej w paśmie (0.9-4) µm, 82% mocy (240 mW ) > 2.4 µm.

## h) Innowacyjne zastosowania techniki zobrazowania termalnego w diagnostyce i terapii medycznej (rozdz. 11)

W ramach współpracy z ośrodkami medycznymi przeprowadzono w warunkach klinicznych podczas różnych zabiegów medycznych badania z użyciem kamer termowizyjnych. Analiza zarejestrowanych termogramów stanowiła innowacyjny element diagnostyki zastosowanych terapii. W ramach realizacji tych zadań badawczych przeprowadzono: a/ badania wpływu terapii propanolem naczyniopochodnych zmian występujących w wieku niemowlęcym poprzez analizę termogramów – współpraca z Instytutem Matki i Dziecka, b/ badanie wpływu podawanych leków podczas zabiegów operacyjnych usuwania guzów na temperaturę powierzchni mózgu – współpraca z Instytut Medycyny Doświadczalnej i Klinicznej PAN, c/ diagnostyka zmian wywołanych zaburzeniami procesów przemiany materii oraz chorób wywołanych powikłaniami pocukrzycowymi poprzez analizę termogramów – współpraca z Warszawskim Uniwersytetem Medycznym.

#### i) Organizację międzynarodowej konferencji naukowej ECLIM 2012

European Conference on Laser Interaction with Matter (ECLIM 2012) zorganizowana w dniach 10-14 września 2012 r. w Warszawie jest najważniejszą na świecie konferencją naukową dotyczącą oddziaływania impulsów laserowych wielkiej mocy z materią, ze szczególnym uwzględnieniem laserowej syntezy termojądrowej, wytwarzania laserem promieniowania rentgenowskiego oraz laserowego przyśpieszania cząstek naładowanych. Konferencja odbywa się cyklicznie, co dwa lata. Pierwsza konferencja miała miejsce w 1966 r. we Włoszech. Konferencja ECLIM 2012 w Warszawie była już 32. spotkaniem. Wzięło w niej udział 118 uczestników z 17 krajów. Zorganizowano dwie sesje specjalne, z których jedna, otwarta dla publiczności, miała na celu popularyzację tematyki konferencji w polskim środowisku naukowym.

#### j) Uczestnictwo w projekcie EXTATIC

Instytut Optoelektroniki WAT uczestniczy od 2012 r. w projekcie EXTATIC, czyli Extreme -Ultraviolet and X-ray Training in Advanced Technologies for Interdisciplinary Cooperation, oferującym unikalny, interdyscyplinarny program szkoleniowy w zakresie nauki i techniki promieniowania rentgenowskiego i skrajnego nadfioletu (X-ray i EUV), który łączy w sobie szkolenie praktyczne, warsztaty naukowe oraz kursy. Program szkolenia jest współorganizowany przez konsorcjum koordynowane przez Dublin City University, a w którym partnerami są również University College Dublin, University of Southampton, King's College London, RWTH Aachen University, Czech Technical University, University of Padua i Wojskowa Akademia Techniczna oraz 9 innych uczelni i partnerów przemysłowych z UE, USA i Chin. EXTATIC jest pierwszym programem badawczym w ramach europejskiego projektu Erasmus Mundus realizowanym z udziałem polskiej uczelni. http://www.extatic.eu/

#### 2. Zastosowania laserów dużej mocy

#### 2.1. Laserowo-plazmowe źródła skrajnego nadfioletu (EUV), zastosowania

#### 2.1.1. Wstęp

Promieniowanie elektromagnetyczne z zakresu 5 – 50 nm to tzw. skrajny nadfiolet (ang. extreme ultraviolet – EUV). Energia kwantów takiego promieniowania jest wystarczająca do jonizacji dowolnego atomu z poziomu walencyjnego lub zewnętrznych powłok rdzenia atomowego. Powoduje to silną absorpcję w dowolnym materiale oraz brak możliwości propagacji w atmosferze czy innym ośrodku gazowym. Oznacza to, że z promieniowaniem EUV nie spotykamy się w warunkach ziemskich, natomiast występuje ono powszechnie w przestrzeni kosmicznej. Promieniowanie takie może być oczywiście wytwarzane w warunkach laboratoryjnych, jednak z uwagi na silną absorpcję, jego pomiary i wykorzystanie możliwe jest jedynie w odpowiednich komorach próżniowych. Źródła takiego promieniowania bazują na wysokoenergetycznych wiązkach elektronowych, lub plazmie wysokotemperaturowej. W przypadku wiązek elektronowych, przyśpieszanych w synchrotronach lub laserach na swobodnych elektronach (FEL) do energii rzędu GeV, wykorzystywany jest efekt emisji promieniowania w wyniku zakrzywienia toru cząstki naładowanej w polu magnetycznym. W plazmie mamy do czynienia z chaotycznym ruchem elektronów o energiach rzędu kilkudziesięciu do kilkuset eV, które oddziałując z jonami wieloładunkowymi wywołują szereg procesów atomowych, prowadzących do emisji promieniowania liniowego, rekombinacyjnego oraz tzw. bremsstrahlung. Najsilniejsze z nich jest promieniowanie liniowe związane z przejściami radiacyjnymi w jonach wieloładunkowych. Jony takie są obecne w plazmie wysokotemperaturowej powstającej w wyniku silnoprądowych wyładowań elektrycznych prowadzących do kompresji plazmy o niskiej temperaturze i gęstości (z-pinch, plasma focus, capillary discharge) lub w wyniku oddziaływania impulsów promieniowania laserowego o dużej gęstości mocy (10<sup>11</sup> – 10<sup>12</sup>W/cm<sup>2</sup>). Dodatkową możliwość daje wykorzystanie ultrakrótkich impulsów laserowych do wytwarzania promieniowania EUV. W tym przypadku, w wyniku oddziaływania z materią powstają wysokie harmoniczne częstotliwości podstawowej, emitowane współosiowo z promieniowaniem laserowym.

Promieniowanie EUV ze względu na swoje unikalne własności może być wykorzystywane np. do pomiarów fizycznych, nanoobrazowania, a także w mikro- oraz nanotechnologii. Pomiary fizyczne prowadzi się głównie z wykorzystaniem synchrotronów, gdzie wykorzystuje się dobrze zdefiniowany rozkład widmowy min. do pomiarów gęstości stanów w strukturach wielowarstwowych metodą fluorescencji rentgenowskiej (XRF), rezonansowego rozpraszania nieelastycznego (RIXS), pomiarów struktury wiązań chemicznych metodą NEXAFS (near edge X-ray absorption fine structure). Promieniowanie synchrotronowe w zakresie EUV wykorzystywane jest również do pomiarów przekrojów czynnych substancji na fotojonizację czy wzbudzenie fotonowe. W ostatnich latach podobne badania prowadzone są również z wykorzystaniem laserów na swobodnych elektronach, umożliwiających pomiary dynamiczne. Lasery tego typu umożliwiają również nanobrazowanie dyfrakcyjne oraz holograficzne obiektów biologicznych czy struktur magnetycznych.

Ze względu na ograniczony dostęp do synchrotronów a zwłaszcza laserów na swobodnych elektronach, podejmowane są próby zastosowania do tego typu badań, plazmowych źródeł promieniowania EUV. Źródła plazmowe ponadto łączą pewne cechy promieniowania synchrotronowego i FEL tzn. można uzyskać ciągłe promieniowanie w szerokim zakresie widmowym

w pojedynczych impulsach o dużej intensywności. Jest to wykorzystywane np. w badaniach dotyczących plazmy fotojonizacyjnej, WDM (warm dense matter) czy astrofizyki laboratoryjnej. Z kolei jeśli chodzi o zastosowanie w technologii, to trudno sobie wyobrazić zastosowanie w tym przypadku synchrotronów czy FEL. Odpowiednio wysoką efektywność w mikro- czy nanotechnologii mogą zapewnić jedynie źródła plazmowe. Obecnie prowadzone są bardzo intensywne badania dotyczące litografii EUV, która daje możliwość zwiększenia stopnia integracji układów scalonych. Impulsy promieniowania EUV o dużej intensywności umożliwiają też mikro- czy nanoobróbkę w wyniku ablacji naświetlanego materiału. Możliwa jest też modyfikacja struktury fizyko – chemicznej warstwy wierzchniej, bez naruszania struktury wewnątrz materiału, a co za tym idzie bez zmiany jego własności mechanicznych. Jest to ważne w przypadku modyfikacji własności optycznych powierzchni, adhezji, zwilżalności czy tzw. biokompatybilności.

W Instytucie Optoelektroniki opracowano laserowo-plazmowe źródło promieniowania EUV na bazie impulsowego laser Nd:YAG i impulsowej tarczy gazowej, którego różne implementacje zastosowano min. do mikroobróbki i modyfikacji warstwy wierzchniej polimerów, mikroskopii EUV, pomiarów fluorescencji EUV oraz wytwarzania i badania plazmy fotojonizacyjnej.

#### 2.1.2 Mikroobróbka i modyfikacja powierzchni polimerów

#### 2.1.2.1 Laserowo-plazmowe źródło skrajnego nadfioletu (EUV) do modyfikacji powierzchni

W wyniku wieloletnich badań dotyczących emisji miękkiego promieniowania rentgenowskiego (SXR) i skrajnego nadfioletu z plazmy laserowej, oraz badań oddziaływania promieniowania SXR oraz EUV z materią, opracowano laserowo-plazmowe źródło EUV dedykowane do mikroobróbki i modyfikacji powierzchni polimerów. Schemat konstrukcji źródła został przedstawiony na rysunku 2.1.2.1. W źródle tym zastosowano dwustrumieniową tarczę gazową, wytwarzaną za pomocą specjalnego układu impulsowych zaworów gazowych. Wiązka promieniowania laserowego, o czasie trwania 4 ns i energii impulsu 0.8 J, jest ogniskowana w pobliżu wylotu dyszy służącej do formowania tarczy gazowej. W wyniku oddziaływania promieniowania laserowego z gazem o wysokiej liczbie atomowej (Kr, Xe, mieszanina Kr+10%Xe) powstaje plazma wysokotemperaturowa emitująca promieniowanie EUV w szerokim zakresie widmowym  $\lambda \approx 4 \div 70$  nm. Emisja większości promieniowania następuje w stosunkowo wąskim zakresie widmowym z maksimum w pobliżu 10 ÷ 11 nm. Efektywne wykorzystanie tego promieniowania wymaga zastosowania szerokopasmowego kolektora. W przedstawionym źródle wykorzystano w tym celu elipsoidalne zwierciadło typu "grazing incidence" (ellipsoidal mirror), o aperturze kątowej  $\sim 0.8$  sr, pokryte warstwą złota o chropowatości powierzchni poniżej 1 nm. Współczynnik odbicia tego zwierciadła, dla promieniowania o długości fali powyżej 10 nm, wynosi około 50%. Z uwagi na silną absorpcję promieniowania EUV w gazie wprowadzanym do komory próżniowej przy formowaniu tarczy gazowej, komorę podzielono na trzy sekcje, wyposażone w niezależne układy wydajnych pomp próżniowych. Propagację promieniowania umożliwiają niewielkie otwory w ścianach oddzielających poszczególne sekcje. Pompowanie różnicowe komory umożliwia utrzymywanie próżni na poziomie 10<sup>-3</sup> mbar w środkowej sekcji, w której umieszczony jest kolektor EUV, oraz 10<sup>-6</sup> mbar w sekcji, gdzie ma miejsce oddziaływanie promieniowania EUV z naświetlanym materiałem.

W celu określenia parametrów źródła przeprowadzono pomiary rozkładu jasności powierzchniowej oraz widma promieniowania plazmy w zakresie EUV, dla różnych parametrów tarczy gazowej w ognisku wiązki laserowej a następnie pomiary widma promieniowania odbitego od powierzchni kolektora oraz rozkładów intensywności promieniowania EUV w płaszczyźnie ogniskowej kolektora i poza nią. Przykładowy obraz plazmy, wraz z profilami intensywności wzdłuż i w poprzek osi wiązki laserowej, zarejestrowany dla plazmy KrXe, przedstawiono na rysunku 2.1.2.2. Łatwo zauważyć, że jest ona wydłużona w kierunku padającego promieniowania laserowego a maksimum intensywności jest przesunięte w kierunku lasera. Szerokości połówkowe rozkładów intensywności w kierunku prostopadłym i wzdłuż osi wiązki lasera są zbliżone dla różnych warunków wytwarzania plazmy i wynoszą odpowiednio około 0.3 mm i 0.5 mm.



Rysunek 2.1.2.1 Laserowo-plazmowe źródło promieniowania EUV: a) widok komory próżniowej źródła z zaznaczonymi sekcjami, b) schemat ogniskowania promieniowania EUV



Rysunek 2.1.2.2. Obraz plazmy KrXe w zakresie EUV (a) wraz z rozkładami intensywności w kierunku osi wiązki laserowej oraz w kierunku prostopadłym do tej osi (b)

Pomiary widmowe promieniowania EUV wykonano za pomocą spektrografu z transmisyjną siatką dyfrakcyjną 5000 l/mm. Siatka ta umożliwia dokonywanie pomiarów widmowych w szerokim zakresie długości fal, od 1 nm do ponad 100 nm. Pomiary przeprowadzono dla plazmy wytwarzanej w tarczy kryptonowej, ksenonowej oraz kryptonowo-ksenonowej. Pomiary przeprowadzono w szerokim zakresie widmowym z niską rozdzielczością i w węższym zakresie z wysoką rozdzielczością. Wyniki pomiarów przedstawione na rysunku 2.1.2.3 w każdym przypadku wskazują na występowanie grup zachodzących na siebie linii widmowych, tworzących wyraźne maksima. W przypadku plazmy kryptonowej linie widmowe tworzą dwa wyraźne maksima: w pobliżu 6 i 10 nm, natomiast promieniowanie plazmy ksenonowej posiada pojedyncze maksimum w pobliżu 11 nm. W widmie plazmy KrXe, podobnie jak w czystym ksenonie dominuje maksimum w pobliżu 11 nm.



Rysunek 2.1.2.3. Widma promieniowania plazmy zarejestrowane w szerokim (a,b,c) oraz w wąskim (d,e,f) zakresie widmowym: a,d) plazma Kr; b,e) plazma KrXe; c,f) plazma Xe

Na rysunku 2.1.2.4 przedstawiono wyniki pomiarów widmowych zogniskowanego promieniowania EUV. Występują tutaj wyraźne różnice względem widma emisyjnego plazmy. Ma to związek ze współczynnikiem odbicia powierzchni kolektora, który silnie maleje dla promieniowania o długości fali poniżej 10 nm. Powoduje to, że w każdym przypadku występuje pojedyncze silne maksimum dla długości fali w pobliżu 10 lub 11 nm. Promieniowanie o długości fali poniżej 8 nm nie ulega odbiciu, jest absorbowane w materiale zwierciadła. Należy zwrócić uwagę na emisję promieniowania EUV w zakresie długofalowym. Pomimo, że spektralna intensywność tego promieniowania jest o rząd wielkości mniejsza niż w pobliżu maksimum emisji, to sumaryczna intensywność w tym zakresie stanowi istotny wkład do całkowitej intensywności, co zostało stwierdzone poprzez pomiary energii impulsu EUV z różnymi filtrami absorpcyjnymi.



Rysunek 2.1.2.4. Widma zogniskowanego promieniowania EUV zarejestrowane w szerokim (a,b,c) oraz w wąskim (d,e,f) zakresie widmowym: a,d) plazma Kr; b,e) plazma KrXe; c,f) plazma Xe

Przeprowadzono również pomiary rozkładów intensywności promieniowania EUV w płaszczyźnie ogniskowej kolektora, oraz w wybranych odległościach poza nią. Pomiary te zostały wykonane w układzie obrazującym zawierającym kamerę otworkową, gdzie wykorzystano efekt niskokątowego rozpraszania promieniowania EUV w cienkiej folii Al o grubości 750 nm. Uzyskano w ten sposób obrazy rozkładów intensywności z których wynika, że w pobliżu płaszczyzny ogniskowej mają one symetrię kołową, natomiast wraz ze wzrostem odległości od ogniska ulegają deformacji. Jest to związane z wydłużonym kształtem plazmy i asymetrią rozkładu jasności powierzchniowej. Na rysunku 2.1.2.5 przedstawiono obrazy odpowiadające rozkładom intensywności w płaszczyźnie ogniskowej i w wybranych odległościach poza nią.



Rysunek 2.1.2.5. Obrazy odpowiadające rozkładom intensywności promieniowania w wybranych płaszczyznach prostopadłych do osi kolektora EUV: a) w płaszczyźnie ogniskowej, b,c,d) poza ogniskiem w odległościach odpowiednio 5, 10, 15 mm

Pomiary fluencji promieniowania wykonano w układzie skanującym, gdzie kalibrowany otworek wykorzystywany do obrazowania, sprzężony z umieszczonym za nim detektorem EUV przesuwano w płaszczyźnie prostopadłej do osi kolektora EUV, w płaszczyźnie ogniskowej oraz poza nią, ze skokiem 0,2 mm. Pomiary polegały na rejestracji impulsu z detektora, odpowiadającego energii promieniowania przechodzącej przez otworek, w kolejnych punktach. Uzyskane wyniki przedstawiono na rysunku 2.1.2.6. Z uzyskanych rezultatów wynika, że fluencja promieniowania w ognisku kolektora nie zależy w sposób istotny od zastosowanego ośrodka gazowego i w maksimum wynosi około 65 mJ/cm<sup>2</sup>. Rozkład intensywności poza ogniskiem jest asymetryczny, co jest wyraźnie widoczne dla odległości powyżej 5 mm, a związane jest z asymetrią plazmy. Szerokość połówkowa rozkładu fluencji w płaszczyźnie ogniskowej wynosi 1.2 mm.



Rysunek 2.1.2.6. Fluencja promieniowania w dwóch wzajemnie prostopadłych kierunkach, dla różnych odległości od ogniska: w płaszczyźnie ogniskowej - kwadraty, 3 mm poza ogniskiem - kółka, 5 mm poza ogniskiem – trójkąty

Ważnym wnioskiem z przeprowadzonych badań jest stwierdzenie, że parametry zogniskowanego promieniowania, wytwarzanego w tarczy gazowej zawierającej mieszaninę kryptonu i ksenonu, są zbliżone do parametrów uzyskiwanych dla czystych gazów. Wykorzystanie takiej mieszaniny, która jest surowcem do produkcji gazów czystych, obniża wielokrotnie koszty eksploatacji źródła. Opis źródła wraz z wynikami badań został opublikowany w pracy [A42].

Ważnym podzespołem opracowanego źródła EUV jest układ dozowania gazu do obszaru oddziaływania z naświetlanym materiałem. Promieniowanie EUV jest silnie pochłaniane w dowolnym ośrodku, zatem naświetlanie próbek materiałów w atmosferze jakiegokolwiek gazu, czy to szlachetnego czy molekularnego, wymaga specjalnego układu, ograniczającego absorpcję promieniowania w tymże gazie. Projektując źródło promieniowania EUV przewidziano taką możliwość: dzięki podziałowi komory próżniowej na trzy sekcje, wyposażone w niezależne układy pomp próżniowych, można w obszar oddziaływania wstrzykiwać niewielką porcję gazu, zachowując próżnię na odpowiednim poziomie. Układ do wstrzykiwania gazu składa się z zaworu impulsowego wyposażonego w dyszę w formie rurki o średnicy wewnętrznej 0,8 mm i długości 30 mm, instalacji ciśnieniowej oraz kontrolera synchronizowanego z laserem. Dozowanie gazu odbywa się poprzez regulację ciśnienia w zaworze oraz dobór parametrów impulsu zasilającego. Na rysunku 2.1.2.7 przedstawiono schematycznie wzajemne położenie elementów układu w komorze próżniowej.



Rysunek 2.1.2.7. Schemat układu do wstrzykiwania gazu w obszar oddziaływania

Gęstość gazu w obszarze oddziaływania została zmierzona dla różnych warunków metodą cieniografii EUV. Wykorzystano w tym celu promieniowanie EUV plazmy, które prześwietlało strumień gazu. Promieniowanie to ulegało następnie odbiciu od płaskiego zwierciadła wielowarstwowego Mo/Si pełniącego rolę filtra zawężającego widmo promieniowania do zakresu 13,5±0,5 nm i przechodziło przez filtr absorpcyjny Zr 140 nm odcinającego promieniowanie widzialne i bliski nadfiolet. Przechodzące przez gaz promieniowanie w takim układzie optycznym, dawało na detektorze CCD obraz, umożliwiający wyznaczenie gęstości gazu, ze stosunku intensywności promieniowania przechodzącego przez gaz do intensywności rejestrowanej bez obecności gazu. Wyniki tych pomiarów przedstawiono na rysunku 2.1.2.8.



Rysunek 2.1.2.8. Gęstość gazu w obszarze oddziaływania promieniowania EUV z polimerami

Gęstość gazu w obszarze oddziaływania promieniowania EUV z polimerami rośnie wraz ze wzrostem ciśnienia w zaworze przy ustalonym czasie otwarcia zaworu (Rysunek 2.1.2.8a) oraz przy ustalonym ciśnieniu przy wzroście czasu otwarcia (Rysunek 2.1.2.8b). W ten sposób można kontrolować dozowanie gazu w obszarze oddziaływania.

Promieniowanie EUV przechodząc przez ośrodek gazowy ulega częściowej absorpcji w głównie wyniku fotojonizacji gazu. Uwolnione fotoelektrony wywołują dalszą jonizację oraz wzbudzenie stanów elektronowych w jonach oraz w atomach a także w cząsteczkach, jeśli wstrzykiwany jest gaz molekularny. Jony oraz wzbudzone atomy gazów reaktywnych mogą wiązać się z cząsteczkami naświetlanego polimeru. Aby uzyskać informacje odnośnie stopnia jonizacji i wzbudzeń elektronowych dokonano pomiarów widmowych promieniowania gazu naświetlanego promieniowaniem EUV. Pomiary takie wykonano za pomocą spektrografu McPherson Model 251 z toroidalną siatką dyfrakcyjną 450 linii/mm, umożliwiającym dokonywanie pomiarów widmowych w zakresie długości fal 10 ÷ 100 nm. Jest to zakres widmowy obejmujący linie emisyjne atomowych oraz słabo zjonizowanych gazów a nawet plazmy o temperaturze z zakresu od kilkudziesięciu do kilkuset stopni Kelvina. Najbardziej interesujące ze względu na możliwość włączania do struktury chemicznej, naświetlanego materiału są gazy reaktywne. Na rysunku 2.1.2.9 przedstawiono widma promieniowania zjonizowanego azotu (N II, N III) oraz tlenu (O I, O II, O III). Łatwo zauważyć, że najsilniejsza emisja pochodzi od jonów o ładunku +1, co oznacza największy udział takich jonów w wytwarzanej plazmie.



Rysunek 2.1.2.9. Widma promieniowania słabo zjonizowanych gazów naświetlanych promieniowaniem EUV: a) azot (N II, N III), b) tlen (O I, O II, O III).

Tego typu jony łatwo wchodzą w reakcję z polimerami, co zostało wykorzystane w badaniach dotyczących modyfikacji chemicznej warstwy wierzchniej fluoropolimerów.

#### 2.1.2.2. Wyniki badań morfologii powierzchni naświetlanych materiałów

W charakterze materiałów do badań wykorzystywano folie polimerowe z firmy Goodfellow oraz różnego typu materiały nieorganiczne. Próbki materiałów do badań umieszczane były w specjalnym uchwycie mocowanym do układu stolików przesuwnych sterowanych elektrycznie. Umożliwiało to przesuw próbki i naświetlanie jej w różnych miejscach stosując różne warunki ekspozycji bez konieczności otwierania komory próżniowej. Ponadto, ze względu na wystarczająco dużą odległość od plazmy, możliwe było stosowanie delikatnych filtrów metalicznych (grubość 100 – 200 nm) w celu zawężenia zakresu widmowego. W wyniku naświetlania na powierzchni powstawają różnego typu mikro- lub nanostruktury, których rozmiary oraz forma zależy od wielu czynników. Jednym z istotnych czynników jest fluencja promieniowania. W wielu przypadkach silne zmiany morfologii powierzchni są związane z naświetlaniem promieniowaniem, którego fluencja jest bliska progu ablacji. Nie jest to jednak reguła. W przypadku wielu polimerów stwierdzono, że ablacji towarzyszy silna zmiana struktury fizycznej warstwy wierzchniej. Przykładem może być polistyren (PS) oraz poli(tereftalan etylenu) (PET). Na rysunku 2.1.2.10 przedstawiono obrazy mikroskopowe miejsca naświetlania obu polimerów. W obu przypadkach nastąpiło wytrawienie na wylot, co oznacza, że miała miejsce silna ablacja. Jednocześnie jednak widać, że nastąpiły silne zmiany morfologii powierzchni.



Rysunek 2.1.2.10. Obrazy uzyskane za pomocą skaningowego mikroskopu elektronowego (SEM) folii polimerowych o grubości 50  $\mu$ m po 2 – minutowym naświetlaniu impulsami promieniowania EUV z częstością 10 Hz: a) polistyren (PS), b) poli(tereftalan etylenu) (PET).

Zmiany tego typu są niekorzystne w przypadku mikroobróbki polegającej na wytwarzaniu mikroukładów w polimerach poprzez bezpośrednie fototrawienie. Jest jednakże wiele polimerów, w przypadku których powierzchnia, po naświetlaniu i ablacji warstwy o grubości porównywalnej z głębokością wnikania promieniowania, pozostaje gładka. W takim przypadku zastosowanie odpowiedniej maski kontaktowej pozwala uzyskać odwzorowanie w formie zadanej mikrostruktury. Jest to istotne zwłaszcza w przypadku polimerów nie dających się łatwo obrabiać innymi metodami. Do takich polimerów należy poli(fluorek winylidenu) (PVDF). Polimer ten ma szereg zastosowań z uwagi na własności piezo i piroelektryczne oraz odporność chemiczną. Okazuje się, że polimer ten łatwo można obrabiać poprzez naświetlanie promieniowaniem EUV. Na rysunku 2.1.2.11 przedstawiono obraz mikrostruktury uzyskanej w folii PVDF, w wyniku jednominutowego naświetlania promieniowaniem EUV.



Rysunek 2.1.2.11. Obraz SEM mikrostruktury uzyskanej w folii PVDF w wyniku naświetlania impulsami promieniowania EUV z częstością 10 Hz w czasie 1 minuty poprzez metaliczną maskę kontaktową.

Wydajność ablacji oceniona na podstawie ilości impulsów niezbędnych do wytrawienia na wylot folii o grubości 50 μm przy fluencji promieniowania 60 mJ/cm<sup>2</sup> wynosi około 70 nm/impuls.

Mikroobróbkę tego typu można stosować w przypadku wielu różnych polimerów, przy czym jest to efekt progowy, co oznacza, że w przypadku fluencji o wartości poniżej pewnej wartości wydajność ablacji silnie maleje następują za to silne zmiany morfologii powierzchni. Jest też wiele polimerów, których powierzchnia zawsze ulega silnym deformacjom, nawet przy maksymalnej fluencji. W każdym jednak przypadku forma i rozmiary struktur dla określonego polimeru zależą od wartości fluencji oraz dawki promieniowania. Struktury powstające w wyniku naświetlania polimerów promieniowaniem o dużej fluencji mają z reguły rozmiary rzędu kilku – kilkudziesięciu mikrometrów, przy czym, w przypadku pewnych polimerów naświetlanie niewielką ilością impulsów powoduje powstawanie struktur o rozmiarach sub-mikrometrowych. Na rysunku 2.1.2.12 przedstawiono przykłady struktur powstających na powierzchni różnych polimerów, przy naświetlaniu promieniowaniem o fluencji w pojedynczym impulsie na poziomie 50 mJ/cm<sup>2</sup>.



Rysunek 2.1.2.12. Przykłady mikrostruktur powstających w wyniku naświetlania polimerów promieniowaniem EUV o dużej fluencji: poli(chlorek winylidenu) (PVDC) 5 impulsów (a), 25 impulsów (b); polikarbon (PC) 50 impulsów (c), 600 impulsów (d); poliimid (Kapton HN) 100 impulsów (e), 400 impulsów (f)

Wyraźnie widać, że zróżnicowanie powstających struktur jest bardzo duże, zarówno jeśli chodzi o rozmiary jak i formę. Wynika to między innymi z odporności na promieniowanie EUV. W przypadku poli(chlorek winylidenu) (PVDC) już pojedynczy impuls wywołuje wyraźne zmiany na powierzchni, naświetlanie pięcioma impulsami EUV (Rys. 2.1.2.12a) powoduje powstawanie struktur o rozmiarach rzędu 5 μm a 25 impulsów EUV powoduje powstanie struktur o rozmiarach kilkudziesięciu mikrometrów (Rys. 2.1.2.12b). Z kolei naświetlanie polikarbonu (PC) prowadzi do powstania struktury kwaziperiodycznej, której okres rośnie kilkakrotnie przy wraz z ekspozycją. Okres ten dla 50 impulsów wynosi około 2 µm (Rys. 2.1.2.12c), natomiast dla 600 impulsów około 10 µm (Rys. 2.1.2.12d). Podobne struktury powstają w przypadku PET ale wzrost całkowitej ekspozycji powoduje podział poprzeczny struktury i dalszą ewolucję. Odmiennie wygląda powierzchnia poliimidu (Kapton HN). Widoczne na powierzchni stożki powstają w wyniku ablacji otaczającego materiału. Podobne stożki powstają w trakcie ablacji polimerów, które łatwo ulegają ablacji takich jak poli(metakrylan metylu) (PMMA) czy poli(tetrafluoro etylen) (PTFE). Powierzchnia tych polimerów po naświetlaniu promieniowaniem EUV ulega ablacji pozostawiając gładką powierzchnię, poza nielicznymi, przypadkowo rozrzuconymi strukturami stożkowymi. Powierzchnia Kaptonu natomiast, w wyniku ablacji ulega lekkiemu sfałdowaniu o wyraźnym ukierunkowaniu. Sfałdowania te podobnie jak w przypadku PC tworzą strukturę kwaziperiodyczną, z tym że struktura powstająca w wyniku 10 – sekundowej ekspozycji jest płytsza a jej okres wynosi około 1 µm (Rys. 2.1.2.12e). W wyniku dalszego naświetlania narasta ilość stożków na jednostkę powierzchni, zwiększają się ich rozmiary a sfałdowania ulegają podziałowi poprzecznemu i zatracone zostaje ukierunkowanie (Rys. 2.1.2.12f).

Wiele uwagi poświęcono polimerom, które znajdują powszechne zastosowanie takie jak poli(metakrylan metylu) (PMMA), poli(tetrafluoro etylen) (PTFE), PET. PMMA oraz PTFE naświetlane promieniowaniem o fluencji powyżej 10 mJ/cm<sup>2</sup> łatwo ulegają ablacji pozostawiając gładką powierzchnię. Inaczej jest w przypadku PET, gdzie ablacji materiału towarzyszą silne zmiany morfologii powierzchni. W każdym jednak przypadku, naświetlanie promieniowaniem o fluencji mniejszej od progu ablacji, powoduje powstawanie różnego typu mikro- bądź nanostruktur powierzchniowych. Na rysunku 2.1.2.13 przedstawiono przykłady takich struktur dla PMMA.



Rysunek 2.1.2.13. Mikro- i nanostruktury powstające w PMMA w wyniku naświetlania promieniowaniem EUV o fluencji poniżej progu ablacji: a,b) mikrostruktury powstające w wyniku naświetlania promieniowaniem EUV o wartości fluencji w pobliżu progu ablacji, odpowiednio dla 300 i 600 impulsów, c,d) nanostruktury powstające w wyniku naświetlania promieniowaniem EUV o wartości fluencji poniżej progu ablacji, odpowiednio dla 300 i 600 impulsów

Mikrostruktury przedstawione na rysunku 2.1.2.13a,b występują w warunkach naświetlania promieniowaniem EUV, dla którego wartość fluencji jest bliska progowi ablacji. Struktura taka powstaje wskutek wydzielania się dużych ilości substancji lotnych w warstwie wierzchniej polimeru, co powoduje zmniejszenie gęstości polimeru związane z jego lokalnym "puchnięciem". W miejscach, gdzie dochodzi do uwolnienia części uwięzionych substancji lotnych pojawiają się szczeliny oraz

zagłębienia. Wzrost ilości impulsów powoduje pogłębianie szczelin i zagłębień. W miarę zmniejszania fluencji mikrometrowa struktura powierzchni zanika, pojawiają się natomiast duże ilości guzków o rozmiarach rzędu 100 nm. Ich ilość na jednostkę powierzchni rośnie w miarę naświetlania kolejnymi impulsami, co łatwo zauważyć porównując obrazy SEM 2.13c,d. Ich pochodzenie jest prawdopodobnie związane z tworzeniem pojedynczych bąbelków lotnych produktów rozkładu polimeru, na głębokości rzędu 100 nm. Nie jest jasne, czy bąbelek taki powstaje w jednorazowym akcie rozkładu polimeru wywołanym przez niejednorodny rozkład fotonów, czy też jest to efekt związany z kumulacją substancji lotnych uwalnianych w sposób niejednorodny pod powierzchnią polimeru.

Na rysunkach 2.1.2.14 i 2.1.2.15 przedstawiono różne rodzaje struktur powstających w wyniku naświetlania PET. Jak wspomniano wyżej w przypadku PET ablacji towarzyszy silna modyfikacja powierzchni. Powstające struktury są jednak różne w strefach, gdzie ablacja ma miejsce i poza nią. Na rysunku 2.1.2.14 przedstawiono granicę tych stref i struktury tam powstające. Generalnie w strefie ablacji w wyniku długotrwałego naświetlania (60s/10Hz), w strefie ablacji (lewa strona rysunku 2.1.2.14a), powstaje struktura określana w literaturze jako anglojęzycznej jako nap-type, czyli faktura przypominająca welwet. Strukturę taką przedstawiono na rysunku 2.1.2.14b. Poniżej progu ablacji występuje gęsto upakowana struktura stożkowa, przedstawiona na rysunku 2.1.2.14c. Porównując te stożki ze stożkiem widocznym w strefie ablacji (rysunek 2.1.2.14b) łatwo zauważyć, że ich forma wyraźnie się różni, co sugeruje inny mechanizm ich powstawania. Tego typu struktury są charakterystyczne dla stref naświetlanych promieniowaniem o fluencji większej od progu ablacji lub bliskiej temu progowi. Promieniowanie o fluencji znacznie niższej niż próg ablacji dla PET, rzędu pojedynczych mJ/cm<sup>2</sup>, również wywołuje zmiany morfologii powierzchni. Struktury, które w takich warunkach powstają przedstawione zostały na rysunku 2.1.2.15. Widać, że początkowo (10s/10Hz) powstaje struktura kwaziperiodyczna o okresie około 2µm, która w wyniku dalszego naświetlania (2min./10Hz) ewoluuje tworząc nieregularną, silnie zerodowaną w skali nanometrowej strukturę o rozmiarach rzędu kilku mikrometrów, zachowującą początkowe ukierunkowanie.



Rysunek 2.1.2.14. Struktury powstające na powierzchni PET w wyniku naświetlania promieniowaniem EUV w czasie 1 minuty z częstością 10 Hz: a) granica strefy ablacji, b) struktury powstające w strefie

ablacji, c) gęsto upakowane struktury stożkowe powstające w wyniku naświetlania promieniowaniem o fluencji bliskiej progowi ablacji, poniżej tego progu



Rysunek 2.1.2.15. Struktury powstające na powierzchni PET w wyniku naświetlania promieniowaniem EUV poza strefą ablacji: a) ekspozycja 10s/10Hz, b) ekspozycja 2min./10Hz

#### 2.1.2.3. Wyniki badań emisji produktów rozkładu polimerów

Ablacja i modyfikacja powierzchni polimerów związana jest z emisją cząsteczek i rodników będących produktami rozkładu łańcuchów polimerowych. W ramach pracy przeprowadzono badania emisji produktów rozkładu polimerów w różnych warunkach naświetlania. W zależności od struktury łańcuchów polimerowych rejestrowano cząsteczki, których emisja wymagała rozerwania głównego łańcucha, lub takie, których emisja związana jest jedynie z odrywaniem odgałęzień łańcucha głównego. W badaniach wykorzystano kwadrupolowy spektrometr masowy (QMS) umożliwiający pomiar mas jonów oraz cząsteczek neutralnych w zakresie 1 ÷ 512 amu.



Rysunek 2.1.2.16. Widma QMS produktów rozkładu PMMA w wyniku naświetlania promieniowaniem EUV: a) w ognisku kolektora – duża fluencja, ablacja materiału, b) poza ogniskiem, fluencja poniżej progu ablacji, modyfikacja powierzchni.

Na rysunku 2.1.2.16 przedstawiono widmo rozkładu PMMA przy dużej fluencji, kiedy dominującym procesem jest ablacja materiału oraz przy małej fluencji kiedy procesem dominującym jest modyfikacja powierzchni. Zarejestrowane widma QMS zawierają wiele pików odpowiadających różnym masom cząsteczkowym. Większość pików można w sposób jednoznaczny przyporządkować cząsteczkom lub rodnikom emitowanym z powierzchni polimeru w wyniku naświetlania promieniowaniem EUV. Jednoznaczne przyporządkowanie nie jest możliwe dla mas ma= 28 i 29 amu. Odpowiadają one molekułom CO i C<sub>2</sub>H<sub>2</sub> dla ma= 28 oraz CHO i C<sub>2</sub>H<sub>3</sub> dla ma= 29. Pośród pozostałych

cząsteczek zidentyfikowano fragmenty monomerów, których oderwanie nie wymaga podziału głównego łańcucha polimerowego, oraz takie, których emisja wymaga fragmentacji łańcucha. Widmo QMS zawiera też pik odpowiadający masie całego monomeru.

Występują wyraźne różnice w rozkładach widmowych zarejestrowanych dla różnych warunków naświetlania. Dotyczy to w szczególności pików zawierających atomy tlenu. Względna intensywność pików odpowiadających emisji CHO, CH<sub>3</sub>O oraz CO<sub>2</sub>, jest znacznie większa w przypadku dominującego efektu modyfikacji morfologii powierzchni, niż w przypadku silnej ablacji. Jest to związane ze wzbogaceniem warstwy wierzchniej w węgiel a w konsekwencji wzrostem progu ablacji. Zmiany te nie są rozłożone jednorodnie na powierzchni, co przy dalszym naświetlaniu prowadzi do niejednorodnej fragmentacji łańcuchów polimerowych i rozwoju nanostruktur.

Podobne pomiary przeprowadzono dla PET (rysunek 2.1.2.17), gdzie stwierdzono, że następuje intensywna emisja CO i CO<sub>2</sub> czyli cząsteczek zawierających tlen, podczas gdy emisja cząsteczek i rodników składających się tylko z węgla i z wodoru jest znacznie słabsza. Ponadto stwierdzono też emisję cząsteczek H-(C=C)<sub>n</sub>-H, które nie powstają w wyniku podziału łańcuchów polimerowych a jednocześnie są bogate w węgiel. Widmo takie jest rejestrowane zarówno dla dużej jak i małej fluencji promieniowania. Oznacza to, że w wyniku naświetlania następuje wzbogacenie warstwy wierzchniej w węgiel, co może być odpowiedzialne za silne zmiany morfologii powierzchni.



Rysunek 2.1.2.17. Produkty rozkładu PET w wyniku naświetlania promieniowaniem EUV: a) widmo produktów rozkładu, b) wzór chemiczny cząsteczki PET i produktów rozkładu odpowiadającym ponumerowanym pikom

Pomiary QMS przeprowadzono też dla PVDF. Jest to polimer, który naświetlany promieniowaniem rentgenowskim ulega rozkładowi polegającemu na uwalnianiu cząsteczek wodoru, fluoru oraz fluorowodoru, podczas gdy atomy węgla pozostają w materiale powodując wzbogacenie warstwy wierzchniej w ten pierwiastek chemiczny. Początkowa ablacja materiału polegająca na zmniejszeniu objętości warstwy wierzchniej wskutek emisji molekuł H<sub>2</sub>, F<sub>2</sub> oraz HF, zostaje szybko zatrzymana. Podobny efekt występuje w przypadku naświetlania PVDF promieniowaniem UV. Widmo masowe produktów rozkładu PVDF przedstawiono na rysunku 2.1.2.18.



Rysunek 2.1.2.18. Widmo QMS produktów rozkładu PVDF w wyniku naświetlania promieniowaniem EUV

Pomiary widma masowego produktów rozkładu PVDF wykazują emisję fragmentów łańcuchów polimerowych zawierających do 3 atomów węgla. Emisja takich molekuł wymaga fragmentacji łańcucha głównego polimeru, co oznacza, że nie następuje tutaj jedynie odrywanie atomów wodoru i fluoru od łańcucha węglowego jak to ma miejsce w przypadku naświetlania promieniowaniem rentgenowskim i UV. Wyznaczony na podstawie intensywności pików stosunek C:H:F wynosi 1:1:0,9 co jest w dobrej zgodności ze składem stechiometrycznym PVDF. Oznacza to, że warstwa wierzchnia, naświetlanego w takich warunkach polimeru, nie powinna być wzbogacana w węgiel.

#### 2.1.2.4. Wyniki badań zmian chemicznych w warstwie wierzchniej

Badanie zmian chemicznych w warstwie wierzchniej polimerów prowadzono metodą spektrometrii fotoelektronów rentgenowskich (XPS). Jest to metoda czuła powierzchniowo ze względu na bardzo krótki zasięg fotoelektronów w ciele stałym rzędu kilku-kilkunastu nanometrów, w przeciwieństwie do spektrometrii w podczerwieni czy ramanowskiej, gdzie badany materiał jest przeźroczysty dla promieniowania sondującego, w związku z czym sygnał pochodzi z głębokości kilkadziesiąt a nawet kilkaset razy większej od interesującej warstwy. Na rysunku 2.1.2.19 przedstawiono widma XPS zarejestrowane w całym zakresie mierzonych energii fotoelektronów, dla folii PET naświetlanej promieniowaniem EUV oraz niepoddawanej żadnej obróbce.

Łatwo zauważyć, że w wyniku naświetlania maleje intensywność piku odpowiadającego atomom tlenu w warstwie wierzchniej polimeru, co oznacza spadek jego zawartości i potwierdza wnioski wynikające z pomiarów QMS. Zmiany zawartości procentowej tlenu i węgla w PET przy określonej fluencji zależą od ilości i impulsów a zatem całkowitej ekspozycji. Wyniki badania tych zmian przedstawiono na rysunku 2.1.2.20. Łatwo zauważyć, że wraz ze wzrostem ekspozycji rośnie względna zawartość węgla, co również potwierdza wyniki pomiarów masowych.



Rysunek 2.1.2.19. Widma XPS o niskiej rozdzielczości dla PET: a) nienaświetlanego, b) naświetlanego promieniowaniem EUV



Rysunek 2.1.2.20. Zawartości procentowe pierwiastków w warstwie wierzchniej PET w funkcji ekspozycji EUV: a) zawartość węgla, b) zawartość tlenu.

Interesujące są wyniki pomiarów XPS dla PVDF naświetlanego w różnych warunkach, również w obecności azotu. Wyniki pomiarów przedstawiono na rysunku 2.1.2.21 oraz 2.1.2.22. We wszystkich przypadkach na rysunku 2.1.2.21 występują piki odpowiadające fotoemisji z powłoki K węgla (C1s) oraz fluoru (F1s). Rozkłady widmowe nie uwzględniają czułości układu pomiarowego przez co uzyskuje się relatywnie wysoką intensywność piku F1s w widmie uzyskanym dla próbki nienaświetlonej (rys. 2.1.2.21a) oraz po naświetlaniu promieniowaniem o dużej fluencji (rys. 2.1.2.21c). W rzeczywistości po uwzględnieniu tej czułości uzyskuje się z dobrą dokładnością stosunek powierzchni pików 1:1 co odpowiada stosunkowi ilości atomów węgla do fluoru w jednostce strukturalnej PVDF.



Rysunek 2.1.2.21. Widma XPS PVDF naświetlanego promieniowaniem EUV w różnych warunkach: a) polimer nienaświetlany, b) polimer naświetlany promieniowaniem o małej fluencji, poniżej progu ablacji, c) polimer naświetlany promieniowaniem o dużej fluencji, d) polimer naświetlany promieniowaniem EUV w obecności azotu

Widmo uzyskane dla próbki nienaświetlonej, którą można traktować jako wzorcową zawiera podwójny pik C1s odpowiadający atomom węgla związanymi z fluorem -CF<sub>2</sub>- oraz wodorem -CH<sub>2</sub>-. Podobna struktura widma występuje dla PVDF naświetlanego promieniowaniem o dużej fluencji. Odmiennie wygląda sprawa w przypadku naświetlania promieniowaniem o małej intensywności, kiedy nie mamy do czynienia z ablacją materiału (rys. 2.1.2.21b). Wtedy mamy sytuację podobną jak w przypadku naświetlania synchrotronowym promieniowaniem rentgenowskim lub laserami UV. Rośnie względna ilość węgla w naświetlanym materiale, co przejawia się jako względny wzrost intensywności piku C1s przy jednoczesnej zmianie jego struktury: silnie maleje wkład od wiązań -CF<sub>2</sub>oraz pojawiają się dodatkowe piki. Ich istnienie jest związane z wystąpieniem piku pochodzącego od atomów tlenu (O1s). Tlenu oczywiście nie ma w pierwotnej strukturze polimeru oraz nie występuje w próżni, gdzie prowadzone jest naświetlanie. Zostaje on włączony do struktury polimeru aktywowanego w próżni promieniowaniem EUV i wystawieniu na działanie tlenu atmosferycznego. Powstające przy tym wiązania dają wkład do widma piku C1s oraz O1s w formie dodatkowych pików, które można wydzielić poprzez odpowiednie dopasowanie. Najbardziej interesujące jest jednak widmo przedstawione na rysunku 2.1.2.21d. Zostało ono uzyskane dla PVDF naświetlanego w obecności azotu. W widmie tym oprócz pików C1s, F1s, O1s występuje wyraźny pik N1s świadczący o obecności atomów azotu w strukturze polimeru. Ponieważ w żadnym innym przypadku pik N1s nie występuje, świadczy to o przyłączeniu atomów azotu do cząsteczek polimeru w wyniku jednoczesnego oddziaływania promieniowania EUV i plazmy azotowej na powierzchnie polimeru.



Rysunek 2.1.2.22. Zmiany koncentracji fluoru (a) i azotu (b) w warstwie wierzchniej PVDF naświetlanego promieniowaniem EUV w obecności azotu w zależności od liczby impulsów

W ramach badań przygotowano i przetestowano stanowisko eksperymentalne do modyfikacji morfologii oraz struktury chemicznej polimerów. Przebadano parametry gazów wstrzykiwanych do obszaru oddziaływania i jonizowanych promieniowaniem EUV. Przeprowadzono cykl badań dotyczących mikroobróbki i modyfikacji polimerów poprzez ich naświetlanie promieniowaniem EUV. Wykazano możliwość wydajnej mikroobróbki poprzez ablację naświetlanego materiału, różne możliwości modyfikacji struktury fizyko-chemicznej warstwy wierzchniej. Przedstawiono też możliwość włączania do struktury molekularnej polimeru dodatkowych atomów i tworzenia nowych grup funkcyjnych poprzez jednoczesne oddziaływanie promieniowania EUV i plazmy fotojonizacyjnej.

## 2.1.3. Mikroskopia w zakresie skrajnego nadfioletu i miękkiego promieniowania rentgenowskiego

Obrazowanie (otrzymywanie obrazów obserwowanych obiektów) z wysoką rozdzielczością przestrzenną jest sprawą kluczową w rozwoju dzisiejszej nauki i techniki. Manipulowanie materią w skali nanometrowej oraz możliwość późniejszej lub "in situ" weryfikacji rezultatów owej manipulacji, są bardzo ważne w obecnych czasach, w których trend w rozwoju nauki i technologii wyznaczają dążenia przemysłu półprzewodnikowego do coraz to mniejszych struktur, bardziej wydajnych i zużywających mniej energii elektrycznej... Te dążenia przekładają się na inne dziedziny naukowe takie jak biologia, czy też materiałoznawstwo. Okazuje się od jakiegoś czasu, iż świat wydaje się nam dość prosty i znany, dopóki nie sięgniemy głębiej, przy pomocy narzędzi obrazujących o coraz większym powiększeniu, aby zrozumieć podstawy jego działania. Wtedy często okazuje się, iż jego działanie nie jest wcale proste, ani do końca przewidywalne i odkrywają się wtedy przed nami całe nowe dziedziny nauki. Szczególnie widać to w biologii, gdzie komórki, dawniej uważane za podstawowe cegiełki życia, są na dzień dzisiejszy właściwie całymi "fabrykami energii" w skomplikowanym organizmie, same zaś składają się z ogromnej liczby mniejszych struktur biologicznych.

Mikroskopowe metody optyczne, wykorzystujące promieniowanie z zakresu długości fali 300-700nm, używane obecnie najczęściej, pozwalają na obserwację obiektów o rozmiarach rzędu kilkuset nanometrów z uwagi na dyfrakcyjne ograniczenie wynikające z długości fali promieniowania użytego w procesie obrazowania. Użycie promieniowania o długości fali od 10 do 100 razy krótszej pozwala w bezpośredni sposób poprawić rozdzielczość przestrzenną, uzyskaną w procesie obrazowania, co najmniej kilkukrotnie. Mikroskopia EUV, wykorzystująca promieniowanie z zakresu skrajnego nadfioletu (EUV – extreme ultraviolet), posiada szereg zalet, w porównaniu z szeroko stosowaną mikroskopią optyczną. Pozwala na otrzymywanie i rejestrację obrazów badanych obiektów z rozdzielczością przestrzenną lepszą niż 100nm, przy krótszych czasach ekspozycji oraz dużym kontraście optycznym w zakresie krótkofalowym, pozwalającym uzyskać dodatkowe informacje o obiekcie.

Aktualnie możliwe jest wykorzystanie różnych metod obrazowania pozwalających na uzyskanie rozdzielczości przestrzennej w zakresie nanometrowym. Jak każda metoda posiadają one swoje wady i zalety, które predysponują je do pewnych zastosowań, zaś wykluczają z innych.

Mikroskopia elektronowa (SEM), wykorzystująca do wytwarzania obrazów wiązkę elektronów, charakteryzuje się najlepszą rozdzielczością przestrzenną, która wynika z bardzo małej długości fali elektronów, użytych do obrazowania, rzędu 7pm (dla elektronów przyspieszanych napięciem 30kV). Taka długość fali pozwala na obrazowanie w nowoczesnych mikroskopach elektronowych z rozdzielczością przestrzenną lepszą niż 1nm. Wykorzystanie elektronów jako nośników informacji ma więc swoje oczywiste zalety. Posiada również wady, wynikające chociażby z innego rodzaju oddziaływania fotonów i elektronów z materią. Mikroskopia elektronowa pozwala zatem na uzyskanie komplementarnych informacji na temat samej próbki, ale prowadzi również często do zbyt silnego oddziaływania elektronów z próbką, powodując jej uszkodzenie. Mikroskopia EUV, w porównaniu do mikroskopii elektronowej, wykorzystuje promieniowanie pozwalające na obserwację bardzo delikatnych próbek, które w przypadku użycia mikroskopu elektronowego mogą zostać zniszczone lub zaburzone poprzez wysokoenergetyczną wiązkę elektronów. Mikroskopia fotonowa w zakresie EUV pozwala również na obserwację próbek pokrytych fotorezystem czułym na ekspozycję wiązką elektronów, które nie mogą być obserwowane za pomocą mikroskopii elektronowej bez wpływu na właściwości fotorezystu. Zaletą jest również brak konieczności specjalnego przygotowywania próbek w przypadku mikroskopii EUV, które wymagane jest w przypadku innych

str. 25

technik obrazowania jak np. mikroskopia elektronowa, np. napylanie powierzchni przewodzącej w celu odprowadzenia ładunków powierzchniowych.

Mikroskopia sił atomowych (AFM) jest kolejną metodą obrazowania. Wykorzystuje ona sondy o bardzo małych rozmiarach przestrzennych, do skanowania powierzchni próbki z bardzo dużą dokładnością. Rozdzielczość tej metody jest również bardzo dobra; dla najlepszych sond, wykorzystujących nanorurki węglowe, rozdzielczość wynosi kilka nm. Wadą tej metody jest jednak duża czułość na zanieczyszczenia sondy, objawiająca się znacznym pogorszeniem rozdzielczości przestrzennej i jakości obrazów. Metoda ta nie pozwala również na obrazowanie w trybie transmisyjnym, pozwala jedynie na badanie samej powierzchni próbki.

Fotony o małej długości fali i wysokiej energii generowane są często w instalacjach synchrotronowych lub za pomocą laserów na swobodnych elektronach. Są to jednak instalacje o dużych rozmiarach, drogie w utrzymaniu, o trudnym dostępie dla wielu potencjalnych użytkowników i niestety, niekomercyjne. Uniemożliwia to bezpośredni transfer powstałej dzięki nim technologii do przemysłu i codziennego życia.

#### 2.1.3.1. Mikroskopia w zakresie skarjnego nadfioletu EUV

Celem prac nad mikroskopią w zakresie EUV było zbudowanie układu eksperymentalnego mikroskopu EUV, wykorzystujący kompaktowe źródło laserowo-plazmowe, które jest zdecydowanie tańsze i bardziej dostępne dla szerszej rzeszy użytkowników. Zmniejszenie długości fali, jak wcześniej wspomniano, jest bezpośrednim sposobem na poprawę rozdzielczości przestrzennej, a także uzyskanie odpowiedniego kontrastu optycznego w danym zakresie widmowym, pozwalającym na "wyłuskanie" spektralnej informacji o obiekcie. Dlatego też zainteresowanie, głównie naukowców, na całym świecie, mikroskopią w zakresie skrajnego nadfioletu EUV.

Układy służące do obrazowania, z wykorzystaniem fotonów o krótkich długościach fal, stają się potężnymi narzędziami, które obecnie zaczynają być wykorzystywane w nanotechnologii, przemyśle półprzewodnikowym, materiałoznawstwie i biologii. Są one alternatywą dla innych technik obrazowania takich jak skaningowa mikroskopia elektronowa lub mikroskopia sił atomowych. Zazwyczaj obrazowanie z nanometrową rozdzielczością przestrzenną wykorzystuje źródła emitujące promieniowanie o małej długości fali z zakresu skrajnego nadfioletu. Promieniowanie z tego zakresu zapewnia lepszą rozdzielczość przestrzenną ze względu na krótszą długość fali, jednak w większości przypadków jest wytwarzane przez tzw. "fabryki fotonów", czyli źródła o dużej skali, takie jak synchrotrony i lasery na swobodnych elektronach (FEL).

Od 2009 roku, w Instytucie Optoelektroniki Wojskowej Akademii Technicznej prowadzone są badania dotyczące możliwości obrazowania, wykorzystujące laserowo-plazmowe źródło promieniowania EUV, bazujące na podwójnej tarczy gazowej (opracowanego również w WAT). Podjęto próby zastosowania tego źródła do obrazowania z wykorzystaniem optyki dyfrakcyjnej. W ramach pracy zatytułowanej: "Nanometer-Resolution Extreme Ultraviolet Imaging based on a gas puff target EUV source and Fresnel zone-plates" [P 45], finansowanej przez subsydium otrzymane z Fundacji na rzecz Nauki Polskiej w 2009r., przygotowano i zoptymalizowano źródło EUV, które zostało użyte w eksperymencie dotyczącym obrazowania wykorzystującego promieniowanie z tego zakresu. Źródło to bazuje na tarczy gazowej, wytworzonej przez dwie osiowosymetryczne dysze wypuszczające niewielką ilość gazu roboczego (w którym wytwarzana jest plazma) i osłonowego (który kształtuje wypływ gazu roboczego). Tarcza gazowa pobudzana jest za pomocą skupionego promieniowania podczerwonego (IR) z lasera Nd:YAG (energia 737mJ, czas trwania impulsu 4ns, długość fali  $\lambda$ =1,064µm). Promieniowanie laserowe wytwarza w gazie roboczym plazmę, emitującą promieniowanie wysokoenergetyczne na charakterystycznych przejściach wewnątrzatomowych, zależnych od użytego gazu. Promieniowanie jest emitowane z plazmy laserowej w bardzo szerokim zakresie spektralnym, obejmującym zakres miękkiego promieniowania rentgenowskiego – SXR ( $\lambda$ =0,1-5nm) oraz zakres skrajnego nadfioletu - EUV ( $\lambda$ =5-50nm).

W celu efektywnej generacji promieniowania EUV konieczna była szczegółowa charakterystyka oraz optymalizacja parametrów źródła. Zmierzono rozkład przestrzenny promieniowania EUV skupionego za pomocą kolektora wielowarstwowego oraz rozmiar ogniska skupionego promieniowania EUV (1,09x0,39 mm<sup>2</sup>). Stwierdzono, iż parametry przestrzenne wiązki w ognisku zwierciadła wielowarstwowego, użytego do ogniskowania promieniowania, są wystarczające, aby jednorodnie oświetlić całą próbkę. Zmierzono charakterystykę spektralną promieniowania EUV z plazmy argonowej, przed i po zwierciadle wielowarstwowym, aby pokazać wpływ selekcji widmowej zwierciadła na poprawę monochromatyczności promieniowania EUV. Zmierzono również parametry energetyczne źródła w ognisku zwierciadła, w celu oszacowania czasu ekspozycji wymaganego do otrzymania obrazu. Na podstawie przeprowadzonych pomiarów stwierdzono, iż argonowe źródło EUV nadaje się do zastosowania w eksperymencie z obrazowaniem EUV. Więcej szczegółów na temat źródła zawarto w pracy [A9].

Przeprowadzono również optymalizację takich parametrów tarczy gazowej jak: ciśnienia gazu roboczego i gazu osłonowego, czasy otwarcia dysz zaworów elektromagnetycznych oraz położenie wylotu dyszy względem ogniska promieniowania laserowego. Zaprojektowano elementy stanowiska pomiarowego do obrazowania z użyciem promieniowania EUV. Uzyskano pierwsze obrazy z testowego stanowiska do mikroskopii EUV. Promieniowanie laserowe wytwarza w tarczy gazowej plazmę, emitującą promieniowanie wysokoenergetyczne na charakterystycznych przejściach dla argonu, na długości fali ok. 13,8nm (względna, odwrotna szerokość spektralnej  $\lambda/\Delta\lambda$ ~140). Promieniowanie quasi-monochromatyczne, bardzo ważne dla poprawnej pracy optyki dyfrakcyjnej, uzyskano poprzez filtrowanie spektralne promieniowania emitowanego ze źródła. Schemat układu testowego do mikroskopii i jego zdjęcie przedstawione zostały na rys. 2.1.3.1.





Jako kondensor oświetlający próbkę (obiekt) wykorzystano elipsoidalne zwierciadło wielowarstwowe Mo/Si, o ogniskowej 254mm i średnicy 80mm. Zwierciadło to jest wycinkiem elipsoidy obrotowej, której krzywizna jest optymalizowana w celu ograniczenia aberracji sferycznych dla kąta padania
równego 45°. Kondensor wytwarza obraz plazmy z powiększeniem M=1. Warstwy molibdenu i krzemu kondensora zapewniają maksymalizację współczynnika odbicia w zakresie długości fali 13,5+/-0,5nm, dla założonego kąta padania. W celu eliminacji promieniowania o długości fali powyżej 18nm użyto cienkowarstwowy filtr cyrkonowy o grubości 100nm, umiejscowiony ok. 4-5mm przed obiektem. Energia w ognisku kondensora wielowarstwowego wynosiła 1,29µJ, ilość fotonów na sekundę – 8,77·10<sup>11</sup>, a także zysk energetyczny z użycia optyki skupiającej, w postaci zwierciadła wielowarstwowego –  $1,92 \cdot 10^4$ , zaś odwrotna szerokość spektralna  $\lambda/\Delta\lambda^{-140}$ . Obiekt został zobrazowany przy użyciu płytki strefowej na kamerę CCD, czułą na zakres skrajnego nadfioletu (iKon-M, firmy Andor), 1024 × 1024 pikseli o rozmiarze  $13x13\mu m^2$ . Soczewka Fresnela, użyta w eksperymencie jako obiektyw, została wykonana przez Zone Plates Ltd. przy pomocy litografii wiązką elektronów w cienkiej, 220-to nm warstwie polimeru PMMA (polymethyl-methacrylate), pokrywającej membranę o grubości 50nm wykonaną z azotku krzemu. Soczewka ma średnicę 0,2mm zaś szerokość ostatniej strefy, określająca teoretyczną rozdzielczość przestrzenną, wynosi 50nm. Ogniskowa soczewki na długości fali 13,8nm wynosi 724,6µm, zaś jej apertura numeryczna 0,137. Soczewka sprzęgnięta została z trzema silnikami krokowymi (Standa), co pozwoliło na odpowiednie wyjustowanie układu mikroskopu oraz na obserwację różnych obszarów obiektu. Zatem dla odległości pomiędzy soczewką a kamerą CCD wynoszącą ok. 340mm, odległość obiektowa ustalona została na 726,1µm, zaś powiększenie układu wynosi 468,3x. Apertury numeryczne kondensora, odpowiednio 0,11 i 0,15 w płaszczyźnie poziomej i pionowej, są porównywalne z aperturą obiektywu eliminując artefakty związane ze spójnością przestrzenną promieniowania EUV, które mogą pojawić się w obrazie. W celu bardzo dokładnego pozycjonowania obiektu względem obiektywu użyto stolika piezoelektrycznego (NF15A firmy Thorlabs), pozwalającego na maksymalny przesuw obiektu na odległości 25µm z teoretyczną rozdzielczością ~10nm. W celu eliminacji wiązki po-osiowej w układzie mikroskopu, początkowo użyto przesłony o symetrii kołowej, o średnicy ok. 17mm, potem zoptymalizowanej na 12mm, umiejscowionej 15cm od obiektywu. W czasie akwizycji kamera została schłodzona do -20°C w celu poprawy stosunku sygnału do szumu kamery CCD. Zdjęcie przedstawiające opisany układ mikroskopu EUV wewnątrz komory próżniowej przedstawia Rys. 2.1.3.2.



Rys. 2.1.3.2. Zdjęcie przedstawiające opisany układ mikroskopu EUV wewnątrz komory próżniowej.

Początkowo, jako obiekt użyto siateczkę służącą do kalibracji transmisyjnego mikroskopu elektronowego (TEM). Siateczka G2000HS (SPI Supplies) wykonana została w cienkiej, ok. 3-4µm grubości folii z miedzi, o okresie 12.5µm i kwadratowych otworach o rozmiarach 7,5x7,5µm<sup>2</sup>. Zdjęcie siateczki wykonane skaningowym mikroskopem elektronowym, przedstawiono na rys. 2.1.3.3 a). Obraz siateczki z mikroskopu EUV jest przedstawiony na rys. 2.3.1.3 b,c). Pomiar metodą knife-edge pozwolił na określenie rozdzielczości połówkowej mikroskopu, wynoszącej 69.4+/-4nm, co zaprezentowano w pracy [A2].



Rys. 2.1.3.3. Obraz z mikroskopu SEM przedstawiający obiekt w postaci siateczki miedzianej a), obraz z mikroskopu EUV przed optymalizacją oświetlenia próbki b) i po optymalizacji c).

Przeprowadzono optymalizację oświetlenia próbki, pozwalającą na poprawę kontrastu obrazów EUV (przykładowy obraz z mikroskopu EUV po optymalizacji oświetlenia próbki – rys. 2.1.3.3 c). Zbadano możliwości pracy mikroskopu w trybie ekspozycji pojedynczym impulsem EUV, co pozwoliłoby dodatkowo uzyskać czasową rozdzielczość pomiarową rzędu 3ns, odpowiadającą czasowi trwania pojedynczego impulsu EUV. Przykładowa sekwencja obrazów z mikroskopu EUV, przedstawiająca wpływ czasu ekspozycji na jakość obrazu i stosunek sygnału do szumu (S/N) w obrazie EUV, przedstawia poniżej rys. 2.1.3.4. Obrazy zostały zarejestrowane z powiększeniem ok. 470x (powiększenie obiekt-kamera CCD, powiększenie obiekt – ekran (monitor komputera na którym wyświetlany jest obraz) jest ok. 10x większe). Pojedynczy piksel ma rozmiar 27.7x27.7nm<sup>2</sup>, zaś pole widzenia w tym przypadku wynosi 29.5x29.5µm<sup>2</sup>.





# **Obraz o dobrej jakości i wysokim stosunku S/N można uzyskać już przy ok. 20 impulsach EUV**, zaś możliwa jest nawet **praca w trybie pojedynczego impulsu (ang. single shot operation).**

Wykonano dalsze pomiary rozdzielczości mikroskopu oraz oszacowano wpływ różnych parametrów na rozdzielczość przestrzenną. Przeprowadzono dwa eksperymenty, w których uzyskano obrazy z mikroskopu EUV, obiektów o różnych grubościach oraz obiektów oświetlonych promieniowaniem o różnych charakterystykach spektralnych (quasi monochromatycznego promieniowania z plazmy argonowej i quasi ciągłego spektralnie promieniowania z plazmy ksenonowej). Zauważono pogorszenie rozdzielczości przestrzennej przy poszerzonym paśmie emisji z plazmy ksenonowej  $\lambda/\Delta\lambda$ ~14, w porównaniu do plazmy argonowej  $\lambda/\Delta\lambda$ ~140, oraz pogorszenie rozdzielczości przestrzennej mikroskopu przy renderowaniu obrazów obiektów o znacznej grubości – siateczki Cu o grubości ~4 mikronów, co odpowiada ~11\*głębia ostrości mikroskopu EUV (~360nm). Pomiary przy użyciu "cienkich" obiektów – folii węglowej, o grubości rzędu 0.2\*głębia ostrości mikroskopu, czyli ok. 70nm, pozwalają na dalszą poprawę połówkowej rozdzielczości przestrzennej do ok. 50nm. Przedstawia to Rys. 2.1.3.5. W przypadku emisji guasimonochromatycznej z plazmy argonowej zmierzono statystycznie połówkową rozdzielczość przestrzenną wynoszącą 51.0+/-10.6nm dla "cienkich" obiektów (folia) i 72.7+/-5nm dla "grubych" obiektów (siatka). W przypadku quasiciągłej emisji z plazmy ksenonowej zmierzono odpowiednio 139.9+/-15.3nm i 151.8+/-11.8nm. Pogorszenie rozdzielczości dla guasiciągłej emisji jest ponad dwukrotne. Rezultaty powyższych badań nad eksperymentalnym układem do mikroskopii EUV zaprezentowano w [A35, A96].



Rys. 2.1.3.5. Obrazowanie obiektów o różnych grubościach przy oświetleniu promieniowaniem emitowanym z plazmy argonowej i ksenonowej: obiekt "cienki" (a) i obiekt "gruby" (b) przy oświetleniu quasimonochromatycznym z plazmy Ar oraz obiekt "cienki" (c) i obiekt "gruby" (d) przy oświetleniu quasiciągłym z plazmy Xe. Pomiary metodą knife-edge, sugerujące zmianę rozdzielczości (e).

Po zbadaniu eksperymentalnego układu do mikroskopii EUV skupiono się na możliwych zastosowaniach układu. W ramach współpracy z dr. Daliborem Pankiem i Peterem Bruzą z Czech Technical University, przygotowano próbki na cienkich membranach z krzemu i zobrazowano je w zakresie EUV.

Na szczeliny w podkładzie krzemowym o wymiarach 3x3mm<sup>2</sup>, w których metodą depozycji i trawienia wytworzono membrany z krzemu o grubości 15nm, nałożono cienką warstwę soli NaCl z roztworu soli fizjologicznej. Rekrystalizacja NaCl powoduje wytworzenie mikro- i nanopęknięć. Pęknięcia w warstwie soli i membranie są trudne do zobrazowania przy pomocy mikroskopu optycznego, widzimy jedynie duże pęknięcia o rozmiarach rzędu 2-10 mikronów, natomiast nanopęknięcia nie są widoczne - Rys. 2.1.3.6 a). Obraz z mikroskopu SEM, Rys. 2.1.3.6 b), pozwala na zobrazowanie warstwy soli z bardzo dobrą rozdzielczością przestrzenną i jakością, natomiast nie pozwala w sposób bezpośredni oszacować głębokości pęknięcia w warstwie soli. Obraz z mikroskopu EUV nie pozwala zobaczyć samej powierzchni warstwy soli, pokazuje jednak obszary o grubości mniejszej niż ok. 100nm (jasne obszary na Rys. 2.1.3.6 c)). Obszary te są widoczne, ponieważ pozwala na to kontrast optyczny w zakresie EUV; jedynie cienkie warstwy próbki transmitują część fotonów, które tworzą powiększony obraz próbki.



w Fald 53.57 pm Przematk 20 pm VEGAS TESC W MAG 4.54 kt Date://www.sci.org/10/10/11 IOE MUT Warsaw.

Rys. 2.1.3.6. Obraz cienkiej membrany krzemowej z naniesioną warstwą soli, uzyskany za pomocą mikroskopu optycznego z obiektywem 100x, NA~1 (a). Obszar zaznaczony przerywaną linią został następnie zobrazowany za pomocą mikroskopu EUV i SEM. Obraz z mikroskopu elektronowego SEM, wielkość ~54x54 μm<sup>2</sup>, przedstawiony na rysunku (b), obraz z mikroskopu EUV, złożony z 16 obrazów, częściowo nałożonych na siebie w układzie 4x4, na rysunku (c).

Charakterystyczne kryształy, które uformowały się na powierzchni membrany, są zbyt grube do bezpośredniej obserwacji, ponieważ droga absorpcji w materiale próbki jest rzędu kilkuset nanometrów. Proces formowania krystalitów powoduje jednak wprowadzenie naprężeń na powierzchni cienkiej membrany oraz jej lokalne pęknięcia. Pęknięcia te są bardzo dobrze widoczne w zakresie skrajnego nadfioletu, co daje dodatkową informację na temat samej próbki, w porównaniu z obrazami z mikroskopów optycznego i SEM.



Rys. 2.1.3.7. Porównanie małych fragmentów zdjęć SEM (a, c) i obrazów z mikroskopu EUV (b, d) przedstawiających różne obszary próbki.

Niektóre pęknięcia, o wielkości ok.100 nm (e), sięgają do samej membrany krzemowej i są widoczne zarówno w obrazach SEM i EUV (oznaczone białymi strzałkami) (a, b), a niektóre pęknięcia (oznaczone przerywaną strzałką), są widoczne w obrazie SEM (c), ale nie są obecne w obrazie EUV (d). Biały znacznik ma długość 2µm. Profile intensywności niektórych pęknięć w obrazie EUV mają szerokość ok. 4 pikseli, czyli około 100nm (e).

Dodatkowa informacja, którą jesteśmy w stanie uzyskać za pomocą mikroskopu EUV jest przedstawiona na Rys. 2.1.3.7, w którym widzimy porównanie małych fragmentów próbki: zdjęć SEM (Rys. 2.1.3.7 a, Rys. 2.1.3.7 c) i obrazów z mikroskopu EUV (Rys. 2.1.3.7 b, Rys. 2.1.3.7 d) przedstawiających różne obszary próbki. Niektóre pęknięcia, o wielkości ok. 100nm (4 piksele w obrazie) w próbce, sięgają do samej membrany krzemowej i są widoczne zarówno w obrazach SEM i EUV (oznaczone białymi strzałkami) – jak widać na Rys. 2.1.3.7 a) i Rys. 2.1.3.7 b), zaś niektóre pęknięcia (oznaczone przerywana strzałką), są widoczne w obrazie SEM - Rys. 2.1.3.7 c), ale nie są obecne w obrazie EUV - Rys. 2.1.3.7 d). Z tego też powodu niektóre struktury wyglądają prawie identycznie w obrazach SEM, natomiast przejawiają całkowicie odmienną charakterystykę, co widać w obrazach EUV. Rys. 2.1.3.7 e) przedstawia profil intensywności przykładowego pęknięcia w obrazie EUV, o szerokości ok. 4 pikseli ~100nm. Wyniki pierwszych badań nad zastosowaniem układu do mikroskopii EUV przedstawiono w pracy [A84].

W ramach współpracy wytworzono również próbki nanowłókien z tlenku cynku (ZnO), średnica 70-800nm (w Środowiskowym Laboratorium Badań Rentgenowskich i Elektrono-mikroskopowych, w Zespole Fizyki Biologicznej Instytutu Fizyki Polskiej Akademii Nauk, w grupie Profesora Danka Elbauma). Nanowłókna ZnO zostały naniesione na dwa różne podłoża: siateczkę ze złota, a także na membranę z azotku krzemu o grubości rzędu 50nm. Włókna te produkowane są metodą elektroprzędzenia, poprzez wyciąganie polimeru w silnym polu elektrycznym. Powstaje w ten sposób długa i cienka polimerowa struktura cylindryczna.

Rys. 2.1.3.8 przedstawia, obrazy nanowłókien, umieszczonych na siateczce ze złota, wielkość zdjęcia ~20x20µm<sup>2</sup>, uzyskane za pomocą różnych metod obrazowania. Mikroskop optyczny a) wykorzystujący obiektyw 100x, NA~1, obraz z mikroskopu EUV – b), ekspozycja 100 impulsów EUV, powiększenie 690x (obiekt-kamera CCD), NA~0,138, c) – obraz z mikroskopu SEM przy napięciu przyspieszającym 30kV, powiększenie ~5000x (próbka-ekran). Możemy zauważyć, iż rozdzielczość przestrzenna obrazu z mikroskopu EUV jest dużo lepsza niż z mikroskopu optycznego. Najmniejsze widzialne struktury w obrazie EUV mają rozmiary ok. 100nm. Dodatkowo mikroskopia EUV

wykorzystuje fotony, jako nośniki informacji, nie wymaga także specjalnego przygotowywania próbek przed obrazowaniem, jak w przypadku mikroskopu SEM. Wyniki badań aplikacyjnych przedstawione zostały w pracy [A126].



Rys. 2.1.3.8. Porównanie obrazów nanowłókien ZnO, wielkość zdjęcia ~  $20x20\mu m^2$ , uzyskane za pomocą różnych metod obrazowania. Mikroskop optyczny a) wykorzystujący obiektyw 100x, NA~1, obraz z mikroskopu EUV – b), ekspozycja 100 impulsów EUV, powiększenie 690x, NA~0,138, c) – obraz z mikroskopu SEM przy napięciu przyspieszającym 30kV, powiększenie ~5000X (próbka-ekran).

Mikroskop EUV pozwala także na obserwację cienkich membran; w tym przypadku jako próbkę użyto membranę z azotku krzemu o grubości 50nm, na którą naniesiono również nanowłókna ZnO. Membrana ta została nieopatrznie uszkodzona, jednak dzięki temu nadaje się znakomicie jako próbka do obrazowania w zakresie EUV. Sekwencja zdjęć o różnym powiększeniu z mikroskopu SEM a także mozaika zdjęć z mikroskopu EUV przedstawiona została na Rys. 2.1.3.9. Mozaikę uzyskano poprzez złożenie 20 zdjęć z mikroskopu EUV w celu zwiększenia całkowitego pola widzenia. Można zauważyć, iż silnie obsorbujące włókna ZnO zobrazowane zostały jako czarne linie o różnych grubościach, natomiast różne odcienie szarości w samym obrazie odpowiadają obszarom membrany z azotku krzemu oraz pęknięciom w tej membranie, które są także dobrze widoczne w obrazach z mikroskopu SEM.



Rys. 2.1.3.9. Sekwencja zdjęć o różnym powiększeniu uzyskana za pomocą mikroskopu SEM a także mozaika zdjęć z mikroskopu EUV uzyskana poprzez złożenie 20 pojedynczych zdjęć z mikroskopu EUV w celu zwiększenia całkowitego pola widzenia.

Duży kontrast optyczny z zakresie EUV, widoczny dla bardzo cienkiej membrany z tego materiału jest charakterystyczny w zakresie EUV i bardzo trudno jest zobrazować różnice w absorpcji azotku krzemu np. w zakresie widzialnym (przy pomocy mikroskopów optycznych).

Z przedstawionych publikacji i opisu wynika, iż układ eksperymentalny do mikroskopii EUV, zbudowany w Instytucie Optoelektroniki WAT, został scharakteryzowany pod względem rozdzielczości przestrzennej i zaproponowanych zastosowań. Pozwala on na obrazowanie różnych próbek z dużym powiększeniem, kontrastem optycznym w zakresie EUV, a także nanometrową rozdzielczością przestrzenną. Należy podkreślić, że istnieje niewiele konstrukcji tego typu na świecie, zaś według naszej wiedzy, jest to jedyny tego typu mikroskop w Polsce. Zazwyczaj mikroskopy tego typu budowane są przy dużych instalacjach synchrotronowych, zaś ta konstrukcja jest niezwykle zwarta. Mikroskop EUV mieści się w komorze cylindrycznej o średnicy 24cm i długości 35cm, zaś cała instalacja wraz z laserem - na stole optycznym o wymiarach 2x0.6m<sup>2</sup>. Stąd też chęć kierownika projektu do kontynuowania prac związanych z mikroskopią EUV i próba budowy prototypu urządzenia mającego dużą szansę na komercjalizację i wiele potencjalnych, przyszłych zastosowań w nanotechnologii, biologii oraz w przemyśle, włącznie z przemysłem półprzewodnikowym.

Mikroskop EUV jest układem innowacyjnym, ponieważ na świecie jest niewiele tego typu konstrukcji. Według wiedzy członków zespołu w Polsce nie istnieje grupa badawcza, która opracowała podobny układ eksperymentalny do obrazowania w zakresie EUV z nanometrową rozdzielczością przestrzenną, a na świecie tylko kilka grup posiada odpowiednie wyposażenie i doświadczenie by prowadzić prace w tym zakresie (np. prof. Carmen Menoni z Uniwersytetu Stanowego w Kolorado, USA, Dr. Erik Anderson, Dr. Weilun Chao, Prof. David Attwood, z Lawrence Berkeley National Laboratory, USA, czy też Prof. Hans Hertz z KTH - Royal Institute of Technology,

Szwecja). Stąd też duże zainteresowanie społeczności naukowej mikroskopią EUV i możliwość publikowania rezultatów badań w czołowych czasopismach optycznych i fizycznych.

Światową nowością w układzie mikroskopu EUV jest także zastosowanie kompaktowego, laserowo-plazmowego źródła promieniowania EUV, bazującego na podwójnej tarczy gazowej, które jest niezwykle zwarte, proste w budowie, stosunkowo tanie w produkcji i eksploatacji w porównaniu z innymi kompaktowymi źrodłami, nie wytwarza zanieczyszczeń, przez co nie wpływa negatywnie na stan optyki EUV, nie wymaga wielu czynności serwisowych oraz zostało przetestowane w układzie eksperymentalnym, potwierdzając swoją użyteczność. Instytut Optoelektroniki WAT, jako pierwszy zademonstrował to źródło, zaś aktualnie jest światowym liderem w opracowaniu podobnych konstrukcji.

### 2.1.3.2. Mikroskopia w zakresie miękkiego promieniowania rentgenowskiego SXR

Miękkie promieniowanie rentgenowskie (ang. SXR soft X-ray) jest promieniowaniem elektromagnetycznym o energiach fotonów od kilkuset eV do kilku keV, co odpowiada długości fali od pojedynczych Å do kilku nanometrów. Zgodnie z kryterium Reyleigha obrazowanie w zakresie krótkich długości fal, do jakich należy zaliczyć miękkie promieniowanie rentgenowskie, pozwala uzyskać lepszą rozdzielczość przestrzenną ( $\delta_{Rayleigh} \sim \lambda/NA$ ), na którą długość fali ( $\lambda$ ) wpływa wprost proporcjonalnie, natomiast apertura numeryczna (NA) wpływa odwrotnie proporcjonalnie.

Wykorzystanie promieniowania rentgenowskiego SXR w zakresie długości fal od 2,2 do 4,4 nm do zobrazowania z nanometrową rozdzielczością jest szczególnie korzystne ze względu na silną różnicę w absorpcji między wodorem, tlenem i węglem w tym zakresie widma elektromagnetycznego. Węgiel silnie absorbuje promieniowanie z tego zakresu, natomiast woda dobrze transmituje to promieniowanie, stąd też zakres tych długości fal nazywany jest "oknem wodnym" (ang. water window). Tak duża różnica w absorpcji pozwala uzyskać duży kontrast optyczny w zakresie "okna wodnego", między składnikami komórek, które są zbudowane z tych właśnie pierwiastków. Na Rys. 2.1.3.10 przedstawiono zależność drogi absorbcji w funkcji długości fali, w zakresie "okna wodnego" (szary zakres), pomiędzy krawędziami absorpcji tlenu i węgla.





W zakresie w pobliżu krawędzi absorpcji tlenu, na długości fali ~2,3nm, droga absorpcji wody jest na poziomie 10µm, co sprawia, iz możliwa jest w tym zakresie obserwacja materiałów biologicznych o grubości próbek rzędu dziesiątek mikrometrów, bez konieczności wykonywania przekrojów obserwowanych próbek. Droga absorpcji materiałów biologicznych opartych na węglu sięga natomiast nieco powyżej 400nm, co daje kontrast optyczny rzędu 25x. W pobliżu krawędzi

węgla kontrast ten niestety spada do ok. 10-12x, aczkolwiek jest to ciągle wartość wysoka z punktu widzenia uzyskania obrazów mikroskopowych o wysokiej jakości.

Układ eksperymentalny mikroskopu SXR, zbudowanego w Instytucie Optoelektroniki Wojskowej Akademii technicznej, pracujący w zakresie "okna wodnego", którego schemat został przedstawiony na Rys. 2.1.3.11 i opisany szczegółowo w [A128], składa się z następujących głównych elementów, jakimi są: źródło laserowo-plazmowe z tarczą gazową, kondensor SXR, filtr cienkowarstwowy, uchwyt badanej próbki, obiektyw Woltery typu I oraz kamery CCD jako detektora.





Układy wykorzystujące miękkie promieniowanie rentgenowskie wymagają zapewnienia odpowiednich warunków pracy. Z uwagi na fakt, iż promieniowanie to jest silnie absorbowane w atmosferze, wszystkie elementy układu mikroskopowego muszą znajdować się w komorach próżniowych. Wytworzenie w komorze względnej próżni możliwe jest dzięki zastosowaniu wydajnych pomp próżniowych. Pozwalają one uzyskać ciśnienie we wnętrzu komory na poziomie 5E-4 mbar i niższe.

Mikroskop na zakres SXR wymaga zastosowania wydajnego źródła promieniowania. W badanym układzie jest to źródło laserowo-plazmowe bazujące na podwójnej tarczy gazowej. W typowym źródle laserowo-plazmowym, opartym na tarczy gazowej, promieniowanie powstaje na skutek oddziaływania impulsów laserowych z tarczą gazową. Rozwiązanie to posiada wadę, którą jest niewystarczająca gęstość tarczy, w odpowiedniej odległości od wylotu dyszy, wymagana do efektywnej generacji promieniowania krótkofalowego. Prowadzi to do zmniejszenia sprawności generacji promieniowania z zakresu SXR. Problem ten rozwiązuje podwójna tarcza gazowa, która powstaje na skutek wstrzyknięcia pod wysokim ciśnieniem (około 10 barów) gazu roboczego (w tym przypadku jest to argon) oraz dodatkowo lżejszego gazu buforowego (hel – 8 barów) poprzez dysze zasilane impulsowo i sterowane za pomocą elektromagnetycznych zaworów. Gaz buforowy odpowiedzialny jest za kształtowanie tarczy gazowej i wypływu gazu roboczego oraz utrzymanie odpowiedniej gęstości tarczy w ognisku laserowym. Zdjęcie zaworu elektromagnetycznego oraz dysz przedstawia rys. 2.1.3.12.





W celu wytworzenia wysokoenergetycznej plazmy konieczne było zogniskowanie promieniowania laserowego na tarczy gazowej. Promieniowanie z lasera Nd:YAG zostaje skupiane za pomocą soczewki sferycznej podwójnie wypukłej, o ogniskowej 25mm, na dwustrumieniowej tarczy gazowej. W efekcie tego w komorze próżniowej powstaje plazma o średnicy rzędu kilkuset mikronów, silnie emitująca promieniowanie z szerokiego zakresu spektralnego włącznie z promieniowaniem z zakresu SXR. W komorze mikroskopu SXR, znajduje się elipsoidalny kondensor SXR. Odpowiedzialny jest on za skupianie promieniowania uzyskanego z plazmy w płaszczyźnie obiektu. Jest on konieczny z uwagi na fakt, iż promieniowanie wytworzone przez źródło laserowoplazmowe posiada zbyt małą gęstość strumienia fotonów, niewystarczającą do bezpośredniego zobrazowania próbki. Następnie promieniowanie jest transmitowane przez filtr w postaci folii tytanowej o grubości 200nm, za którymi znajduję się badana próbka. Filtr ten jest wymagany do zawężania spektralnego charakterystyki emisji źródła SXR do zakresu "okna wodnego". W odległości około 15cm od próbki znajduje się obiektyw Woltery (pełniący funkcję optyki obrazującej - analogia soczewki na zakres widzialny promieniowania). Promieniowanie transmitowane przez próbkę trafia do obiektywu, który wytwarza powiększony obrazu obiektu na detektorze. Detektor stanowi matryca CCD znajdująca się w odległości około 220cm od obiektywu. Trójwymiarowy rendering mikroskopu przedstawia Rys. 2.1.3.13 i odpowiadające mu zdjęcie skonstruowanego mikroskopu SXR na zakres "okna wodnego" znajduje się na rys. 2.1.3.14.

Sprawozdanie naukowe Instytutu Optoelektroniki WAT za lata 2010 - 2012



Rys. 2.1.3.13. Rendering ukladu mikroskopu SXR w środowisku CAD.





Na powyższym rysunku przedstawiono widok wnętrza komory próżniowej mikroskopu na zakres "okna wodnego". W komorze znajdują się elementy optyczne takie jak kondensor SXR oraz obiektyw Woltery typu I, sterowane zdalnie w trzech kierunkach za pomocą silników krokowych. Dodatkowo pomiędzy obiektywem a kondensorem znajduje się filtr tytanowy o grubości 200nm oraz uchwyt kinematyczny (magnetyczny) z zamocowaną próbką w postaci siateczki. W układzie w celu zdalnego sterowania poszczególnymi elementami optycznymi oraz uchwytem z badaną próbką, zastosowano silniki krokowe firmy Standa model 8MT173-20-400. Charakteryzują się przesuwem w zakresie do

20mm z dokładnością pozycjonowania 1,25µm, co przy głębi ostrości obiektywu rzędu 30µm jest całkowicie wystarczające. Wytworzenie plazmy następuje po oświetleniu podwójnej tarczy gazowej promieniowaniem laserowym, w tym przypadku wykorzystano laser na ciele stałym Nd:YAG z modulacją dobroci (tzw. Q-switching). Laser emituje promieniowanie na długości fali  $\lambda$ =1,064µm, czasie trwania impulsu  $\tau$  = 4ns, energii w impulsie E= 0,74J oraz częstotliwością repetycji 10Hz.

Elipsoidalny kondensor zwierciadlany na zakres SXR w układzie mikroskopu jest odpowiedzialny za skupianie wytworzonego przez źródło promieniowania na powierzchni próbki. Kondensor jest osiowo-symetrycznym zwierciadłem elipsoidalnym, pokrytym na swej wewnętrznej powierzchni cienką warstwą niklu. Dzięki temu możliwe jest odbicie promieniowania SXR pod niewielkim kątem. W badaniach wykorzystano kondensor wykonany oraz zaprojektowany przez firmę "Rigaku Innovative Technologies". Został on umocowany na stolikach przesuwnych, wyposażonych w silniki krokowe, umożliwiające płynną regulację położenia w trzech kierunkach (XYZ) oraz regulację kąta pochyłu kondensora w dwóch kierunkach. Zastosowanie tego typu mocowania wynikało z konieczności precyzyjnego justowania kolektora ze źródłem. Kondensor posiada dwa ogniska, w pierwszym z nich znajduje się plazma, w drugim następuje skupienie promieniowania SXR emitowanego z plazmy na powierzchni badanej próbki. Zdjęcie kondensora przedstawia rys. 2.1.3.15.



Rys. 2.1.3.15. Elipsoidalny kondensor wykorzystanego w układzie laboratoryjnym mikroskopu SXR

Odległość pomiędzy dwoma ogniskami kondensora wynosiła 270mm, odległość źródła od krawędzi optyki 140mm, odległość źródła od drugiej krawędzi optyki 210mm, odległość obiektu od krawędzi optyki 60mm, długość kondensora 70mm, średnica wejściowa 14mm, średnica wyjściowa 11,7mm, maksymalna energia fotonów 800eV, która odpowiada krytycznej długości fali  $\lambda$  = 1,5nm. Zastosowany kondensor charakteryzuje się wejściowym kątem bryłowym wynoszącym około 7,8msr, przy kącie padania około 3° i aperturą numeryczną wyjściową 0,09.

W układzie mikroskopu SXR jako obiektyw zastosowano optykę Woltery typu I, zaproponowaną przez Hansa Woltera w 1952 roku natomiast wykonaną przez Prof. Rene Hudeca z Astronomical Institute, Academy of Sciences of the Czech Republic .Składa się ona ze zwierciadła elipsoidalnego oraz zwierciadła hiperboloidalnego, z pokrywającymi się ogniskowymi. Wykorzystywany obiektyw charakteryzował się powiększeniem M = 14,6x , odległość obiektywu od plazmy Xpp = 150mm, oraz średnicą wejściową Dwej = 15mm i wyjściową Dwyj = 17mm. Apertura numeryczna obiektywu wynosiła 0.05. Schemat obiektywu i jego zdjęcie przedstawione zostały na rys. 2.1.3.16.



Rys. 2.1.3.16. Schemat i zdjęcie zastosowanego obiektywu Woltery typu I

W celu uzyskania zwiększonej emisji promieniowania w zakresie SXR niezbędna była optymalizacja parametrów czasowych źródła (otwarcie dysz) ciśnienia gazów roboczego i buforowego/osłonowego oraz właściwe pozycjonowanie dysz. W obu przypadkach optymalizacja prowadzona była pod kątem ilości emitowanych fotonów. Zmierzona maksymalna liczba fotonów dla zoptymalizowanego źródła opartego na argonowej tarczy gazowej wyniosła 1,3E11 fotonów/sr/impuls, w zakresie transmisji filtru tytanowego na długościach fali od 2,8-6nm. Odpowiada to ok. 3,6E10 fotonów na impuls źródła SXR lub energii 2.3µJ w płaszczyźnie próbki.

Pomiar widma promieniowania emitowanego z argonowego źródła laserowo-plazmowego w zakresie "okna wodnego" został wykonany wykorzystując transmisyjną siatkę dyfrakcyjną. Promieniowanie pochodzące ze źródła laserowo-plazmowego z podwójną tarczą gazową trafia na szczelinę o szerokości 33µm umieszczoną w odległości ~770mm od źródła, a następnie pada na transmisyjną siatkę dyfrakcyjną o okresie równym 200nm (5000 linii/mm). Uzyskane widmo promieniowania w postaci prążków jest rejestrowane przez kamerę CCD umieszczoną w odległości 425mm od siatki. W celu poprawy rozdzielczości spektralnej wykorzystano dodatkową szczelinę o szerokości 20µm, umiejscowioną w odległości 300mm od źródła. Rozdzielczość spektralna spektrometru wynosiła w tym przypadku  $\lambda/\Delta\lambda \sim$  70 na długości fali  $\lambda$  = 2.88nm. Widmo źrodła SXR w zakresie okna wodnego przedstawia rys. 2.1.3.17.



Rys. 2.1.3.17. Rozkłady widmowe w zakresie "okna wodnego" źródła SXR dla układu z filtrem Ti 200nm i bez filtra.

Obraz widma prążkowego został wykonany dla układu eksperymentalnego bez filtra oraz z filtrem tytanowym o grubości 200nm, który został umieszczony za źródłem, w celu uzyskania widm promieniowania w zakresie "okna wodnego". Charakterystyka transmisyjna wykorzystanego filtra znajduje się również na rys. 2.1.3.17.

Obrazy przedstawione na Rys. 2.1.3.18 prezentują obiekty testowe w postaci metalowych siateczek i zostały uzyskane za pomocą skaningowego mikroskopu elektronowego (SEM) Quanta 3D FEG, firmy FEI. Obraz kwadratowej siateczki z rys. (a) został wykonany dla powiększenia M = 118x, oraz przy napięciu przyśpieszającym elektrony równym 15kV, natomiast pole widzenia wynosi 1,92x1,92mm<sup>2</sup>. Obraz podłużnej siateczki z Rys. (b) wykonano dla powiększenia M = 83x, przy napięciu przyśpieszającym elektrony wynoszącym 30kV, a pole widzenia wynosi 2,72x2,72mm<sup>2</sup>.





Wyniki zobrazowania różnych obiektów testowych w postaci metalowych siateczek o różnych geometriach zostały przedstawione na rys. 2.1.3.19. Zobrazowanie siateczek zostało wykonane dla powiększenia M = 14,6x oraz 200 impulsów SXR dla filtra Ti. Aby zmniejszyć poziom szumów termicznych kamerę CCD iKon-M DO934 firmy Andor schłodzono do temperatury 0°C. W celu uzyskania jak najostrzejszych obrazów optymalizowano położenie obiektu względem obiektywu.



Rys. 2.1.3.19. Wyniki zobrazowania obiektów testowych, siateczka kwadratowa z krawędzią umieszczoną pod kątem 45 stopni - (a), siateczka podłużna (b). Linia przerywana oznacza miejsca wykonania pomiarów rozdzielczości przestrzennej metodą "knife-edge".

W celu określenia rozdzielczości przestrzennej układu eksperymentalnego obiekty testowe, w postaci metalowych siateczek, zostały zobrazowane przy użyciu mikroskopu optycznego oraz skaningowego mikroskopu elektronowego (SEM). W ten sposób udało się określić rzeczywistą geometrię siateczek w tym z bardzo dużą dokładnością takie parametry jak: okres oraz szerokość linii siatki. Oszacowanie rozdzielczości przestrzennej skonstruowanego mikroskopu sprowadzało się do wyznaczenia przejścia przez krawędź struktury siatki i wyznaczeniu i skalibrowaniu szerokości tego przejścia na poziomie od 10% do 90% intensywności maksymalnej – kryterium "knife-edge". W ten sposób określamy całkowitą rozdzielczość układu. Połówkowa rozdzielczość przestrzenna układu jest określana poprzez podzielenie rozdzielczości całkowitej przez dwa. W przypadku obrazu SXR z rys. 2.1.3.19a) w miejscu zaznaczonym linią przerywaną, zmierzona połówkowa rozdzielczość przestrzenna wynosiła 1,1+/-0,2µm, co przedstawione zostalo na rys. 2.1.3.20.



Rys. 2.1.3.20. Rozkład intensywności względnej przejścia przez krawędź leżącą pod kątem 45 stopni dla siateczki kwadratowej, z którego oszacowano połówkową rozdzielczość przestrzenną mikroskopu SXR na poziomie 1.1 μm.

Dodatkowo uzyskano pierwsze obrazy struktur biologicznych (komórek cebuli). Rys. 2.1.3.21 przedstawia wyniki obrazowania w zakresie optycznym, obraz po lewej, a także w zakresie "okna wodnego", obraz po prawej stronie. Rozdzielczość przestrzenna powinna w przyszłości zostać poprawiona, jednak niewątpliwie zaletą tego układu jest możliwość obrazowania w "oknie wodnym" relatywnie grubych próbek; w tym przypadku do ok. 40 µm, co jest niemożliwe aktualnie w przypadku użycie promieniowania z zakresu EUV.



Rys. 2.1.3.21. Obraz komórek cebuli uzyskany za pomocą mikroskopu optycznego (obraz po lewej) oraz mikroskopu SXR (dwa obrazy po prawej)

Cały układ mikroskopu ma bardzo zwartą konstrukcję, mieści się na pojedynczym stole optycznym o wymiarach 1.2x1.8m<sup>2</sup> i przedstawiony został na rys. 2.1.3.22.





Skonstruowany układ eksperymentalny jest innowacyjny z uwagi na długość fali z zakresu "okna wodnego", w którym pracuje, a także poprzez zastosowanie w nim źródła laserowo-plazmowego opartego na dwustrumieniowej tarczy gazowej. Wykorzystanie zakresu tych długości fal posiada wiele zalet, m.in. duży kontrast optyczny pomiędzy pierwiastkami takimi jak węgiel, czy tlen, a także, co ważne, wysokiej rozdzielczości przestrzennej poprzez zastosowanie promieniowania krótkofalowego. Układ mikroskopu SXR umożliwia łatwą i szybką wymianę filtru, czy też zmianę gazu roboczego tarczy gazowej, dzięki czemu możliwe jest badanie próbki wykorzystując promieniowanie z innego zakresu spektralnego. Uzyskane wyniki badań nad mikroskopem są bardzo obiecujące, dlatego juz teraz trwają nad nim prace modernizacyjne, w celu zwiększenia jego możliwości. Sprowadzają się one głównie do zmiany zastosowanej optyki zwierciadlanej na charakteryzującą się lepszymi parametrami optykę opartą na soczewkach Fresnelą. Dodatkowo pozwoli to na poprawę jednorodności oświetlenia badanej próbki, która przy obecnej optyce jest mało wystarczająca. W przyszłości planowane są także badania innych materiałów biologicznych w oparciu o skonstruowany układ. Zastosowanie zakresu "okna wodnego" być może pozwoli na badanie żywych tkanek bez konieczności ich wcześniejszego preparowania i może stanowić układ komplementarny dla istniejących obecnie, komercyjnie dostępnych układów mikroskopów.

### 2.1.4. Plazma wytwarzana w wyniku fotojonizacji gazów

#### 2.1.4.1. Układ eksperymentalny

Fotojonizacja gazów daje zupełnie inne możliwości dotyczące wytwarzania plazmy niż wyładowania elektryczne czy naświetlanie laserami dużej mocy. Jest to wyraźnie widoczne, zwłaszcza w przypadku plazmy powstającej w wyniku oddziaływania promieniowania laserów IR z gazami szlachetnymi. W takim przypadku energia pojedynczego fotony jest wielokrotnie niższa od potencjału jonizacji atomów w stanie podstawowym. Oznacza to, że jonizacja i wytworzenie plazmy wymaga, przynajmniej w fazie początkowej, procesów wielofotonowych, tak aby pojawiły się swobodne elektrony mogące przejmować energie lasera w wyniku procesu znanego jako tzw. odwrotny bremsstrahlung. Wymaga to przekroczenia pewnego progu gęstości mocy, rzędu 10<sup>11</sup> J/cm<sup>2</sup>. Oznacza to, że nie ma możliwości wytworzenia na tej drodze plazmy niskotemperaturowej o niewysokiej gęstości. Inaczej jest w przypadku promieniowania EUV. Zastosowanie fotonów o energii przewyższającej potencjał jonizacji, nie wymaga dodatkowo przekroczenia żadnego progu gęstości mocy, jak to ma miejsce w przypadku plazmy laserowej. Oznacza to, że parametry termodynamiczne oraz emisyjne takiej plazmy mogą się istotnie różnić od parametrów plazmy powstającej w wyładowaniu elektrycznym lub plazmy laserowej. Badania tego typu plazmy były jak dotąd prowadzone tylko w urządzeniach plazmowych typu HED (High Energy Density), gdzie gęstość mocy promieniowania SXR w naświetlanym gazie jest rzędu 10<sup>10</sup>-10<sup>11</sup> J/cm<sup>2</sup>. Plazma fotojonizacyjna powstaje jednak również w wyniku naświetlania ośrodka gazowego promieniowaniem EUV/SXR o gęstości mocy 10<sup>3</sup> - 10<sup>4</sup> razy mniejszej. W Instytucie Optoelektroniki przeprowadzono pierwsze eksperymenty dotyczące plazmy fotojonizacyjnej z wykorzystaniem źródła laserowo-plazmowego o niewielkiej energii promieniowania w pojedynczym impulsie. Na rysunku 2.1.4.1 przedstawiono schemat układu eksperymentalnego zastosowanego w badaniach. W charakterze źródła promieniowania zastosowano omówione w punkcie 2.1.2.1 laserowo-plazmowe źródło EUV wraz z układem wstrzykiwania gazu w obszar ogniskowania promieniowania.



Rysunek 2.1.4.1 Układ eksperymentalny do badania plazmy fotojonizacyjnej: a) schemat układu, b) widok układu.

Przedstawiony w układzie eksperymentalnym spektrometr EUV posiada w charakterze elementu dyspersyjnego toroidalną siatkę dyfrakcyjną, umożliwiającą pomiar słabych sygnałów, co jest bardzo istotne w przypadku plazmy fotojonizacyjnej powstającej w wyniku oddziaływania impulsów EUV wytwarzanych w układzie o niewielkiej energii. Plazma taka charakteryzuje się stosunkowo niską gęstością elektronową na poziomie  $10^{17} - 10^{18}$  cm<sup>-3</sup>oraz temperaturą rzędu kilku tysięcy stopni Kelvina. Oznacza to jasność powierzchniową o wiele rzędów wielkości niższą od plazmy laserowej

wytwarzanej w źródle EUV. Pomimo to możliwa była rejestracja widm emisyjnych takiej plazmy w zakresie EUV.

#### 2.1.4.2. Pomiary widmowe

Na rysunku 2.1.4.2 przedstawiono przykładowe widma plazmy fotojonizacyjnej powstającej w wyniku oddziaływania promieniowania EUV z gazami szlachetnymi. Podobne pomiary zostały przeprowadzone dla wybranych gazów molekularnych. Przykładowe widma uzyskane w takim przypadku dla tlenu i azotu przedstawiono w punkcie 2.1.2.1. Na rysunkach widoczne są linie emisyjne helu (He I, He II), neonu (Ne I, Ne III, Ne III), argonu (Ar II), azotu (N II, N III) oraz tlenu (O I, O II, O III). Łatwo zauważyć, że najsilniejsza emisja pochodzi od jonów o ładunku +1. W przypadku neonu, azotu i tlenu zarejestrowano też słabą emisję pochodzącą od jonów o ładunku +2. Hel posiada tylko dwa elektrony, co oznacza, że nie może być emisji, która pochodziłaby od jonów o ładunku +2. Nie można więc wykluczyć istnienia takich jonów.





Z kolei w przypadku argonu występuje duża ilość linii widmowych wzajemnie się przekrywających, z których część zidentyfikowano jako linie pochodzące od jonów o ładunku +1. Niektóre z nich jednak mogą pochodzić również od jonów o ładunku +2. Względne intensywności linii widmowych ulegają zmianie w zależności od intensywności oraz rozkładu widmowego promieniowania jonizującego. Parametry te można zmieniać stosując odpowiednie filtry absorpcyjne

wykonane z ultracienkich folii metalicznych. Filtry takie zmieniają zarówno rozkład widmowy jak i zmniejszają intensywność promieniowania. Zmiana rozkładu widmowego, a zwłaszcza odcięcie części widma, skutkuje wyeliminowaniem możliwości wzbudzenia fotonowego pewnych poziomów bądź ograniczeniem energii fotoelektronów. W efekcie intensywność pewnych linii drastycznie maleje [A127].

Należy zwrócić uwagę, że energia fotonów promieniowania plazmy fotojonizacyjnej jest rzędu 20 – 50 eV, podczas gdy plazmy laserowej rzędu 100 eV, są to zatem wartości porównywalne. Z kolei temperatura obu rodzajów plazmy, wyznaczona na podstawie wyników symulacji komputerowej, za pomocą programu PrismSPECT, różni się stukrotnie: 0,3 eV – temperatura plazmy fotojonizacyjnej, 30 eV - temperatura plazmy laserowej. Potwierdza to, że mechanizmy prowadzące do emisji promieniowania dla obu przypadków muszą się istotnie różnić. Na rysunku 2.1.4.3 dla porównania przedstawiono dwa rozkłady widmowe promieniowania plazmy laserowej i fotojonizacyjnej neonu.



Rysunek 2.1.4.3. Widma promieniowania neonu: a) plazma laserowa, b) plazma fotojonizacyjna

Linie widmowe w plazmie laserowej pochodzą od przejść radiacyjnych w wieloładunkowych jonach lito- i berylopodobnych, podczas gdy widmo emisyjne plazmy fotojonizacyjnej pochodzi głównie od przejść w atomach i jonach fluoropodobnych. Interesująca jest najbardziej intensywna linia w widmie plazmy fotojonizacyjnej 2s<sup>2</sup>2p<sup>5</sup> – 2s2p<sup>6</sup>. Jej duża intensywność związana jest z faktem, że wzbudzony poziom 2s2p<sup>6</sup> w jonie Ne<sup>+</sup> powstaje w wyniku jonizacji atomu poprzez fotoemisję elektronu z podpowłoki 2s. W takim przypadku wytworzenie stanu wzbudzonego w jonie jest jednoetapowe a zatem jego prawdopodobieństwo jest duże. Interesujące jest porównanie widma plazmy fotojonizacyjnej powstającej w omawianym układzie z widmem plazmy wytwarzanej w wyniku oddziaływania ultrakrótkich impulsów promieniowania lasera na swobodnych elektronach FLASH w Hamburgu z neonem. W przeprowadzonym tam eksperymencie fluencja promieniowania była zbliżona do fluencji w ognisku kolektora laserowo-plazmowego źródła EUV natomiast gęstość mocy była o kilka rzędów wielkości wyższa, na poziomie 10<sup>13</sup> - 10<sup>14</sup> W/cm<sup>2</sup>. Istotna różnica dotyczyła długości fali promieniowania w obu układach: szeroki zakres widmowy z maksimum dla 11 nm w przypadku laserowo-plazmowego źródła EUV i 32 nm w przypadku lasera FLASH. Ma to bardzo istotne znaczenie w dla przejścia  $2s^22p^5 - 2s2p^6$ . Energia jonizacji z podpowłoki 2s w atomach neonu wynosi 48.475 eV podczas gdy energia fotonów lasera FLASH jest o 10 eV niższa. Jest ona wystarczająca jedynie do jonizacji atomów neonu z poziomu 2p. Również energia uwolnionych elektronów jest niewystarczająca do dalszej jonizacji. Istotną rolę w tym przypadku musi zatem odgrywać jonizacja wielofotonowa oraz akceleracja elektronów w polu fali elektromagnetycznej. Te różnice w mechanizmach jonizacji a w konsekwencji wzbudzenia atomów i jonów przekładają się na

różnice w widmie emisyjnym powstającej plazmy. Na rysunku 2.1.4.4 przedstawiono dla porównania widmo neonu uzyskane w wyniku fotojonizacji promieniowaniem laserowo-plazmowego źródła EUV oraz promieniowaniem lasera FLASH. Jak należało przewidywać zasadnicza różnica dotyczy względnej intensywności linii odpowiadającej przejściu  $2s^22p^5 - 2s2p^6$ . O ile w pierwszym przypadku jej intensywność jest najwyższa o tyle w drugim przypadku jej względna intensywność jest wielokrotnie niższa od sąsiedniej linii odpowiadającej przejściu  $2s^22p^5 - 2s^22p^43s$  [A129].



Rysunek 2.1.4.4. Widma promieniowania neonu: a) plazma fotojonizacyjna wzbudzana promieniowaniem laserowo-plazmowego źródła EUV, b) plazma wzbudzana promieniowaniem lasera FLASH – długość fali 32 nm

### 2.1.4.3. Obrazy plazmy

Poprzez bezpośrednią obserwację można stwierdzić, że poza zakresem widmowym 10 ÷ 100 nm następuje również emisja promieniowania widzialnego. Można zatem oczekiwać, że wzbudzone jony jak i atomy oraz cząsteczki gazów emitują również promieniowanie w zakresie UV. Pomiary emisji w różnych zakresach widmowych wykonano poprzez rejestrację obrazów plazmy fotojonizacyjnej. Wykonano je za pomocą kamery otworkowej bez żadnego filtra (szeroki zakres widmowy EUV-IR), z filtrem Al 100 nm ( $\lambda \approx 17 \div 70$  nm), oraz poprzez płytkę szklaną ( $\lambda > 300$  nm). Uzyskane rozkłady intensywności przedstawiono na rysunku 2.1.4.5. Rozkładom przyporządkowano odpowiednie skale intensywności, z których wynika, że w każdym przypadku intensywność będąca różnicą pomiędzy obrazem rejestrowanym w pełnym zakresie widmowym a zakresami zawężonymi dominuje będąc kilkukrotnie wyższa. W zakresie  $\lambda \approx 17 \div 70$  nm intensywność była na tyle mała, że obraz udało się uzyskać tylko w przypadku helu i neonu. Rozmiary poprzeczne obszarów emisji są porównywalne z przekrojem wiązki EUV w ognisku. W przypadku małej gęstości gazu obszar ten jest symetryczny względem osi wypływu gazu. Przy dużej gęstości silna absorpcja promieniowania EUV w gazie jeszcze przed płaszczyzną ogniskową powoduje asymetrię obszaru emisji. Od gęstości gazu zależy też ilość energii zaabsorbowanej w obszarze oddziaływania. Przy niskich gęstościach jest to kilka procent energii impulsu EUV, przy wysokich kilkadziesiąt.



Rysunek 2.1.4.5. Rozkłady intensywności emisji z obszaru plazmy fotojonizacyjnej. Po lewej fotografie w zakresie widzialnym, dalej rozkłady intensywności zarejestrowane za pomocą kamery otworkowej przez płytkę szklaną, bez filtra oraz z filtrem Al 100 nm: a) hel, b) neon, c) argon, d) azot.

### 2.1.4.4. Podsumowanie

Laserowo-plazmowe źródło promieniowania skrajnego nadfioletu zostało zastosowane w badaniach plazmy fotojonizacyjnej. Plazmę wytwarzano poprzez naświetlanie strumienia gazu wstrzykiwanego do komory próżniowej, w obszar ogniskowania promieniowania EUV. Dokonano pomiarów widmowych oraz przestrzennych emisji promieniowania plazmy fotojonizacyjnej w zakresie EUV. Przedstawiono porównanie widma emisyjnego uzyskiwanej plazmy fotojonizacyjnej z plazmą laserową oraz plazmą wytwarzaną za pomocą impulsów promieniowania lasera FLASH. Wskazano na istotne różnice pomiędzy widmami związane z różnymi mechanizmami jonizacji i wzbudzenia plazmy.

# 2.2. Bezpośrednia laserowa technologia obróbki i modyfikacji warstw wierzchnich

### 2.2.1. Wstęp

Współczesne zainteresowanie wykorzystania laserów do badań naukowych, jak i do zastosowań przemysłowych, jest bezpośrednio związane z unikalnymi właściwościami promieniowania laserowego. Wysoka spójność przestrzenna promieniowania osiągana w laserach pozwala na ekstremalne jego ukierunkowanie i koncentrację, osiągając dziś gęstość mocy ponad 10<sup>21</sup> W/cm<sup>2</sup>. Monochromatyczność światła laserowego, łącznie z możliwością przestrajania długości fali, otwiera kolejną możliwość do wysoce selektywnego, wąskopasmowego, a nawet rezonansowego wzbudzania różnych ośrodków. Kontrolowane impulsowe i selektywne wzbudzanie ośrodka oferuje z kolei dużą rozdzielczość w czasie (impulsy nano-, piko- i femtosekundowe), co umożliwia pokonanie konkurencyjnych i towarzyszących zjawisk występujących podczas oddziaływania światła z materią. Kombinacja tych wszystkich właściwości oferuje szerokie i wszechstronne zastosowanie laserów do całkowicie różnych, a nawet odmiennych zastosowań.

Laserowa obróbka materiałów wykorzystuje prawie wszystkie właściwości światła laserowego. Duża gęstość energii i jej kierunkowość osiągana z laserów pozwala ulokować "źródło ciepła" z rozdzielczością przestrzenną poniżej 1µm. Lasery impulsowe lub skanujące lasery pracy ciągłej umożliwiają kontrolę czasu działania od około 10<sup>-14</sup> s, aż do pracy ciągłej. Monochromatyczność promieniowania laserowego pozwala na kontrolę głębokości obróbki cieplnej lub selektywne, nie termiczne pobudzanie albo na powierzchni materiału, albo w cząsteczkach otaczających medium, wprost przez zmianę długości fali lasera. Ma to istotne znaczenie np. w zastosowaniu do znakowania i dekoracji wyrobów ceramicznych [A24,B64,B68,B75]. Obróbka laserowa jest bezkontaktowa technologią, w której zogniskowana wiązka laserowa przekazuje część swojej energii do obrabianego miejsca, na powierzchni lub w objętości materiału. Na obrabianej powierzchni materiału zachodzi proces absorpcji i odbicia promieniowania laserowego, a odbicie odgrywa ważną rolę w sprawności przekazywania energii z lasera do miejsca obróbki. Lokalnie pochłonięta energia może prowadzić do kontrolowanego wzrostu temperatury, powodując zmiany fazy obrabianego materiału (np. topnienie, parowanie). Wynik obróbki zależy od parametrów wiązki laserowej (gęstości energii – fluencji, długości fali i parametrów czasowych: czasu trwania impulsu laserowego lub czasu nagrzewania materiału promieniowaniem ciągłym). Zależy również od właściwości fizycznych i chemicznych obrabianego materiału, jak również od stanu jego powierzchni. Dla konkretnego zastosowania laserowej technologii obróbki wymagana jest jedna bądź kilka z tych wspaniałych właściwości światła laserowego jednocześnie.

Jednym z głównych zastosowań promieniowania laserowego w inżynierii materiałowej jest modyfikacja powierzchni, całościowa lub lokalna. Powierzchnie materiałów mogą być w różny sposób modyfikowane tak, aby spełniały fizyczne, chemiczne i mechaniczne wymagania i obejmują takie technologie, jak np. przetapianie, szkliwienie [A24], strukturowanie czy utwardzanie uderzeniowe (laser shock peening) [B67]. Nowatorskie powierzchnie i warstwy wierzchnie są skuteczne, jeśli wytworzymy i umieścimy je w odpowiednim miejscu, z odpowiednimi własnościami i odpowiednio skutecznie. Uzyskuje się w ten sposób podwyższoną odporność na ścieranie (strukturowanie), wzrost (polerowanie laserowe) lub zmniejszenie współczynnika odbicia (wzrost współczynnika pochłaniania), zmiany barwy i połysku [B68], zmniejszenie oporów przepływu czy zwiększenie odporności na korozję [A46]. Można również sterować kierunkiem wzrostu komórek [A120].

Niektóre właściwości powierzchni wymagają rozmiarów struktury w zakresie od kilku do kilkudziesięciu mikrometrów np. zasobniki olejowe do smarowanie gniazd, podczas gdy dla innych właściwości powierzchni wymagane są znacznie mniejsze struktury np. ochrona przed zużyciem przez osadzanie twardych faz w plastycznej osnowie, efekty samoczyszczące, barwa, wpływ przyczepność i efekty uszczelniające. W konsekwencji wymagane jest wiele technik modyfikacji lub teksturowania powierzchni w celu wytworzenia określonych struktur w różnych skalach i o różnych tym samym właściwościach przeznaczonych do określonych zastosowań. Właściwości powierzchni materiałów są silnie związane z ich mikrostrukturą, jak również ich rozmieszczeniem przestrzennym. W związku z tym np. mikro strukturowanie powierzchni części metalowych jest kluczem do ich funkcyjności. Począwszy od natury, jesteśmy w stanie dowiedzieć się, że dobrze zaprojektowana periodyczna mikrostruktura o odpowiednich rozmiarach, która również łączy różne właściwości, jest lepsza od materiałów kompozytowych. Takie pośrednie strukturowanie powierzchni jest możliwe dzięki interferencji dwóch lub wielu wiązek laserowych, na powierzchniach fotorezystów. W przeciwieństwie do tych bardziej znanych metod litograficznych, nowością jest bezpośredni proces wytwarzania tego rodzaju struktur na powierzchniach różnych materiałów. Metoda ta polega na napromieniowaniu laserem impulsowym dużej mocy powierzchni np. metalowych, odpowiednim wzorem interferencyjnym [C77]. Takie oddziaływanie wieloma wiazkami laserowymi, o określonej energii progowej dla danej powierzchni np. topnienia czy ablacji warstwy wierzchniej, może być dostosowane zarówno do przeprowadzenia bezpośredniego kształtowania powierzchni poprzez efekty topograficzne i efekty mikrostrukturowania fazy, jak również do powstawania faz intermetalicznych [B72] lub rekrystalizacji warstwy wierzchniej. Kontrola rozkładu wielkości ziarna, jak również kierunki ziaren w metalach odgrywają ważną rolę w lokalnej przestrajalności właściwości tribo-mechanicznych. Powszechnie wiadomo, że twardości i odporności na pękanie materiałów polikrystalicznych są silnie skorelowane ze sobą – związek Halla-Petcha. Tak więc połączenie periodycznych rozkładów nano- i mikrokrystalicznych lub ultra drobnych regionów ziaren w złożonej architekturze, powinny umożliwić opracowanie powłok o zwiększonej funkcjonalności powierzchni. Celem jest wiec połączenie nowej metody laserowego interferencyjnego strukturowania powierzchni do zaawansowanych konstrukcji mikrostruktur w połączeniu z mikro plastyczną obróbką metalu, a także do tworzenia hierarchicznych periodycznych tekstur na powierzchni w różnej mikro skali.

W niniejszym sprawozdaniu przedstawione zostaną w pierwszej kolejności modele numeryczne oddziaływania impulsowego promieniowania laserowego z materią, ich opis i wyniki obliczeń numerycznych. Zaprezentowany zostanie model numeryczny jednoczesnego oddziaływania wielu wiązek laserowych dużej mocy z materią a także wyniki eksperymentalne uzyskane z przeprowadzonych wielu eksperymentów związanych z modyfikacją i strukturowaniem warstw wierzchnich.

# 2.2.2. Modele numeryczne, opis, wyniki obliczeń numerycznych, weryfikacja eksperymentalna

Oddziaływanie promieniowania laserowego z materią jest od kilkudziesięciu lat intensywnie rozwijaną dziedziną nauki, praktycznie od początku i równolegle z pracami nad nowopowstającymi urządzeniami laserowymi. Szybko okazało się również, że jest to jedna z najtrudniejszych dziedzin współczesnej fizyki, zarówno od strony eksperymentalnej jak i teoretycznej. Wynika to głównie z bogactwa zjawisk fizycznych, jakie towarzyszą oddziaływaniom promieniowania z materią, trudności z ich matematyczno-fizycznym opisem, trudnościami z określeniem empirycznych charakterystyk materiałów poddanych działaniu (zwłaszcza intensywnych) impulsów laserowych, itp. Nie bez znaczenia jest również fakt, że nawet z wykorzystaniem metod fizyki komputerowej, rozwiązanie układów nieliniowych równań różniczkowych opisujących te zjawiska jest niezwykle trudne: niestacjonarne, wielowymiarowe przestrzennie zagadnienie z falami uderzeniowymi, zjawiskami transportu, itd. Problematyka związana z oddziaływaniem promieniowania laserowego.

W sprawozdaniu, w tym miejscu zaprezentowano jednowymiarowy (1D) model numeryczny, opracowany specjalnie na potrzeby procesu usuwania warstw wierzchnich materiałów (proces ablacji) w zakresie niskich gęstości mocy promieniowania laserowego (od 10<sup>6</sup> W/cm<sup>2</sup> do 10<sup>9</sup> W/cm<sup>2</sup>) i ns impulsów laserowych, stosowanych w restauracji dzieł sztuki – usuwaniu nawarstwień [A4]. Zaprezentowano również szereg rezultatów obliczeń numerycznych.

W modelu numerycznym założono, że problem jest opisany równaniami w symetrii płaskiej tzn., że zjawiska zależą tylko od czasu *"t"* i jednej zmiennej *"z"*. Przyjęto, że impuls promieniowania laserowego pada na dwu- i czterowarstwową próbkę materiału, jak pokazano to na rys.2.1.





Rys.2.2.2. Geometria próbki czterowarstwowej w modelu jednowymiarowym [A4]

z

Na rys.2.1a, w chwili początkowej warstwy: grafit-aluminium, zajmują "pół-przestrzeń" od: z = 0 do  $z = d_{GRA} + d_{ALU}$  o grubości, odpowiednio 3 µm i 42 µm. Z kolei na rys.2.1b w chwili początkowej warstwy metaliczne zajmują "pół-przestrzeń" od z = 0 do z = l i są oznaczone jako: K, L, M, N. W modelu z rys.2.1b, warstwy oznaczone dużymi literami K, L, M, reprezentują warstwy metaliczne o grubości 100 nm każda, warstwa oznaczona literą N – kilkumilimetrową warstwę kwarcu. Zjawiska występujące po oświetleniu próbki impulsem laserowym opisane są układem równań mechaniki ciała stałego z uwzględnieniem następujących efektów: pochłaniania i transportu promieniowania, przewodnictwo cieplne, przechodzenie ciała w stan plastyczny, topnienie i parowanie. Własności deformowanego ośrodka opisano pół-empirycznymi równaniami stanu typu EOS i zależnościami opisującymi zmianę granicy plastyczności Y i modułu ścinania µ w funkcji ekwiwalentnej deformacji plastycznej  $\varepsilon^p$ , prędkości jej zmian  $\dot{\varepsilon}^p$  i temperatury (model Johnsona – Cooka).

### 2.2.2.1. Modele rozkładów temperatur, gęstości i ciśnień w próbce dwuwarstwowej (grafit, aluminium)

Poniżej przedstawiono wybrane wyniki obliczeń dla próbki grafitu o grubości 3 µm, leżącej na podłożu aluminiowym o grubości 42 μm. Grafit, imitował czarne, twarde nawarstwienie, usuwane z podłoża, a aluminium podłoże twardego, drobnoziarnistego wapienia. Rys.2.3 przedstawia wybrane wyniki rozkładu temperatury rozlatującej się plazmy (powstałej z oświetlanego grafitu) oraz ciśnienie w plazmie i podłożu aluminiowym, w dwu chwilach czasu (dla t = 10 ns i t = 34 ns) po zakończeniu impulsu laserowego. W tym przypadku do obliczeń przedstawianych na rysunkach, przyjęto trójkątny kształt impulsu laserowego o czasie trwania w połowie wysokości równej 5 ns oraz gestości energii równą 1 J/cm<sup>2</sup>. Jak można zauważyć z rys.2.3, temperatura powstałej plazmy (ciągła linia) po czasie 10 ns wynosi około 3800 K, w odległości od powierzchni grafitu (w kierunku lasera) 20 μm. Wartość ciśnienia (linia przerywana) wewnątrz podłoża aluminiowego wynosi 2 kbar. Pik ciśnienia oscyluje wewnątrz próbki wytwarzając naprężenia ściskające i rozciągające w wyniku kolejnych odbić od powierzchni swobodnych warstewki aluminium. Wykonano wiele obliczeń numerycznych oddziaływania ns impulsów z warstewką grafitu leżącą na podłożu aluminiowym, w przedziale gestości mocy padającego promieniowania od 10<sup>6</sup> W/cm<sup>2</sup> do 5·10<sup>9</sup> W/cm<sup>2</sup>. Ich celem była analiza zachowania się podłożą dzieła sztuki podczas procesu usuwania nawarstwień metodą ablacji laserowej. Model ten, po modyfikacji, umożliwia również opis usuwania nawarstwień "kruchych" zalegających na powierzchniach różnych podłoży i silnie z nimi związanych.



Rys. 2.2.2.3. Wykres temperatury plazmy (ciągła linia) i wykres ciśnienia (linia przerywana) po upływie czasu, zaznaczonych odpowiednio na rys.2.3a) i 2.3b). Maksimum naprężeń ściskających podłoże, rys.2.3a i maksimum naprężeń rozciągających podłoże, rys.2.3b. Kształt impulsu laserowego w czasie jest trójkątny, a jego połówkowy czas trwania wynosi 5 ns. Gęstość energii 1 J/cm<sup>2</sup>.





Rys. 2.2.2.4. Wykres grubości odparowanej warstwy grafitu w czasie.

Rys. 2.2.2.5. Wykres ciśnienia w środku warstwy aluminium w funkcji czasu.

Obliczenia numeryczne przeprowadzono dla nawarstwień "kruchych" i silnie związanych z powierzchniami metalowymi, nie prezentowanymi w tym artykule. Naprężenia rozciągające

wywołane przy stosunkowo małej gęstości mocy impulsu laserowego, 3·10<sup>6</sup> W/cm<sup>2</sup>, kruszą nawarstwienie, powodując jego usuwanie z powierzchni. Na rys.2.2.2.4 przedstawiono szybkość procesu usuwania warstewki grafitu w funkcji czasu, a na rys.2.2.2.5 wykres zmiany ciśnienia w środku warstwy aluminium – podłożu, w funkcji czasu.

# 2.2.2.2. Modele rozkładów temperatur w modelu czterowarstwowym (Cr, Cu, Al, kwarc) – wytwarzanie intermetalu

### A. Wyniki obliczeń numerycznych

Na rysunku 2.2.2.6 przedstawiono wybrane rozkłady temperatur, uzyskane w modelu 1D, na powierzchni i wewnątrz czterowarstwowej próbki składającej się z: warstwy chromu (Cr), warstwy miedzi (Cu) i warstwy aluminium (Al), leżące na podłożu kwarcowym.



Rys. 2.2.2.6. Rozkłady temperatur wewnątrz warstewek metalicznych otrzymane z modelu jednowymiarowego, dla kilku wybranych wartości gęstości mocy promieniowania oświetlającego: a) – przekroczenie temperatury topnienia aluminium; b) – przekroczenie temperatury topnienia aluminium i miedzi; c) - przekroczenie temperatury topnienia aluminium, miedzi i osiągnięcie temperatury bliskiej temperatury topnienia chromu; E - napromienienie (fluencja),  $I_0$  - natężenie napromienienia (gęstość mocy),  $T_t$  - temperatura topnienia,  $t_{imp}$  - czas trwania impulsu.

Obliczenia numeryczne oddziaływania impulsowego promieniowania laserowego z warstwami metalicznymi przeprowadzono w tzw. obszarze "niskich" parametrów lasera tzn. w normalnych warunkach atmosferycznych – powietrzu i przy maksymalnych gęstościach mocy rzędu 10<sup>8</sup> W/cm<sup>2</sup>, do takich gęstości mocy, aby nie przekroczyć temperatury topnienia chromu.

### B. Weryfikacja eksperymentalna modelu

W eksperymencie, cienkie warstewki metali zostały naparowane w próżni metodą PVD na podłoże kwarcowe. Tak przygotowane próbki oświetlano za pomocą impulsu lasera Nd:YAG ( $\lambda = 1,064 \mu$ m, czas trwania impulsu  $\tau = 12$  ns) o regulowanej gęstości energii, uzyskując macierz naświetlanych miejsc składającą się z 54 obszarów. Każde z 54 naświetlanych miejsc próbki różniło się gęstością energii o 10,8 mJ/cm<sup>2</sup>, poczynając od gęstości energii 738 mJ/cm<sup>2</sup> a kończąc na gęstości energii około 165 mJ/cm<sup>2</sup>. Dla skrajnie wysokich gęstości energii (osiem pierwszych gęstości poczynając od największej), obserwowano ablację i nadtopienia warstewki chromu – warstwy zewnętrznej. Począwszy od 18-tego naświetlanego obszaru (tzn. dla gęstości energii około 550 mJ/ cm<sup>2</sup>), zaobserwowano minimalne nadtopienie warstewki chromu. Taka gęstość mocy w impulsie laserowym sugerowała (na podstawie rozważań teoretycznych), że pod warstwą chromu mogła zajść reakcja chemiczna – stopienie warstewki Cu z Al. Oznacza to z kolei, że dwie niżej położone warstewki Cu i Al uległy przetopieniu przy nienaruszonej warstewce zewnętrznej Cr.

Na rysunku 2.7 przedstawiono dla przykładu sześć wybranych powierzchni z macierzy 54 oświetlonych miejsc z podaniem wartości gęstości energii promieniowania laserowego.



Nr 27; E = 457 mJ/cm<sup>2</sup> Nr 36; E = 360 mJ/cm<sup>2</sup> Nr 45; E = 263 mJ/cm<sup>2</sup> Rys. 2.2.2.7. Zdjęcia mikroskopowe powierzchni Cr dla różnych gęstości energii.

Wszelkie niejednorodności (np. pęcherze powietrza pod warstwami metalicznymi) mogą powodować lokalne, w skali mikro, mikro eksplozje, czyli uszkodzenia warstwy wierzchniej, co łatwo można zauważyć na pierwszych dwóch zdjęciach, przedstawionych na rys.2.7 w postaci czarnych

plamek. Ciśnienie powietrza w takim pęcherzyku było na tyle wysokie, że spowodowało mikro eksplozję warstw, powstawał krater (otworek) przepuszczający światło.

Grubości naparowanych warstewek zmierzono za pomocą liniowej analizy chemicznej TEM-EDS i tak grubości warstewek chromu, miedzi i aluminium wynosiły odpowiednio około: 50 nm, 300 nm i 100 nm [B72]. Na rysunku 2.8 przedstawiono analizę pomiaru grubości naparowanych warstewek przed oświetleniem ich promieniowaniem laserowym.



Rys. 2.2.2.8. Obraz STEM przekroju poprzecznego próbki czterowarstwowej i liniowa analiza składu chemicznego; Warstewki metali niezmodyfikowane impulsem laserowym – widać trzy oddzielne warstwy metali (chrom – linia czerwona, miedź – linia pomarańczowa i aluminium – linia niebieska, rozseparowane, o grubościach zaznaczonych na osi odciętej [A4].

Po naświetleniu próbek impulsem laserowym, warstwy poddano analizie mikrostrukturalnej i składu chemicznego przy wykorzystaniu transmisyjnej mikroskopii elektronowej (TEM). Analizy TEM mikrostruktury i składu chemicznego zostały przeprowadzone przy zastosowaniu transmisyjnego mikroskopu elektronowego Tecnai G<sup>2</sup> F20 (200 kV FEG) na przekroju poprzecznym powłoki.



Rys. 2.2.2.9. Mikrostruktura TEM (jasne pole) powłoki na przekroju poprzecznym; a) – część powłoki niezmodyfikowanej; b) – powłoka z sugerowaną strefą reakcji [B72]

W celu realizacji badań za pomocą TEM, z naświetlanych miejsc wycinano cienkie folie w kierunku prostopadłym do powierzchni. Cienkie folie zostały przygotowane przy wykorzystaniu techniki

zogniskowanej wiązki jonów Ga<sup>+</sup>(technika FIB-Focused Ion Beam) na urządzeniu Quanta 200 3D DualBeam.



Rys. 2.2.2.10. Obraz STEM na przekroju poprzecznym i liniowa analiza składu chemicznego w poprzek powłoki; a). część powłoki niezmodyfikowanej; b). powłoka ze strefą reakcji [A4, B72].

Potwierdzenie zajścia reakcji Cu/Al, która nastąpiła pod wpływem impulsu laserowego przeprowadzono w oparciu o jakościową i ilościową analizę składu chemicznego EDS (Energy Dispersive Spectroscopy) na przekroju poprzecznym powłoki. Wyniki badań zostały potwierdzone poprzez obrazy STEM (Scanning Transmission Electron Microscopy- obrazy wykorzystujące tzw. Z kontrast, czyli kontrast masowy zależny od liczby atomowej Z).

Liniowa analiza składu chemicznego potwierdziła zajście reakcji Cu/Al (rys. 2.2.2.10). W miarę oddalania się od powierzchni powłoki widoczny jest gradientowy spadek zawartości Cu i również gradientowy wzrost koncentracji Al. W czasie nagrzewania laserowego nastąpiło przetopienie najniżej topliwej warstwy Al i rozpuszczenie tego pierwiastka w warstwie Cu, natomiast powierzchniowa wysokotopliwego chromu nie uległa zmianie. Ilościowa, punktowa analiza składu chemicznego udokumentowała wynik uzyskany za pomocą liniowej analizy (rys. 2.2.2.11).

	Punkt 1			
a)		%wag.	% at.	
and the second second second second	Cu(K)	99.8	99.59	
	Resztę stanowią pozostałe pierwiastki (Al, Si, Cr)			
and the second	Punkt2			
0,	<u>r unktz</u>	9/w/2g	9⁄ <b>&gt;</b> t	
	A1(K)	70Wag.	70 dl.	
		83.4	90.8	
• <sub>2</sub>	Cu(K)	13.9	6.4	
	Resztę	stanowią pozo	ostałe pierwiastki (Si, Cr)	
0				
0)	Punkt 1			
		%wag.	% at.	
	Cu(K)	99.5	99.2	
Wards of the second	Resztę	stanowią pozo	ostałe pierwiastki (Al, Si, Cr)	
0,				
and the second states	Punkt2			
1		%wag.	% at.	
	AI(K)	16.6	31.7	
0 <sub>2</sub>	Cu(K)	82.6	67.0	
	Reszte stanowia pozostałe nierwiastki (Si. Cr.)			
	NESZLĘ			
100 nm				



Zastosowanie laserów w modyfikacji warstw wierzchnich metali jest coraz powszechniej akceptowane. Za pomocą impulsowego promieniowania laserowego powierzchnie metalowe mogą być w różny sposób modyfikowane tak, aby spełniały fizyczne, chemiczne i mechaniczne wymagania i obejmują takie technologie, jak np. przetapianie, strukturowanie czy utwardzanie uderzeniowe. Nowatorskie powierzchnie i warstwy wierzchnie są skuteczne, jeśli wytworzymy i umieścimy je w odpowiednim miejscu, z odpowiednimi własnościami i odpowiednio skutecznie.

W tej części autorzy prezentują numeryczne i eksperymentalne wyniki oddziaływania impulsowego promieniowania laserowego z realnym modelem próbki. Próbkę stanowi układ trzech cienkich warstw metalicznych (Cr, Cu i Al) naparowanych na podłoże kwarcowe. Celem pracy było wytworzenie nowatorskiej powierzchni składającej się z wierzchniej warstwy twardej (Cr) za pomocą impulsowego promieniowania laserowego i przeprowadzenie mikro plastycznej obróbki dwóch spodnich warstw metalicznych – wytworzenie intermetalu.

Obliczenia numeryczne przeprowadzono dla impulsów laserowych o czasie trwania 10 ns i dla takich gęstości mocy promieniowania laserowego, aby temperatura na powierzchni warstwy wierzchniej nie przekraczała temperatury jej topnienia, w tym przypadku temperatury topnienia chromu. Opracowany model numeryczny wykazuje dużą uniwersalność i poprawnie pokazuje jakościowo-ilościowe zachowanie się naświetlanych obiektów. Może być wykorzystany podczas opisu oddziaływania jednego lub wielu impulsów laserowych z próbką, w dowolnych przedziałach czasu i w

dość szerokim zakresie wykorzystywanych gęstości mocy impulsów laserowych. Badania eksperymentalne potwierdziły zajście reakcji Cu-Al., czyli przetopienie obu warstewek. Wszelkie niejednorodności (np. pęcherze powietrza pod warstwami metalicznymi) mogą powodować lokalne, w skali mikro, mikroeksplozje, czyli uszkodzenia warstwy wierzchniej.

### 2.2.2.3. Modele rozkładów temperatur w układzie czterowarstwowym (nawarstwieniesiarczki srebra, Au, Ag, papier)

Dziedzictwo kultury jest bogate w dzieła sztuki i wyroby z metali i ich stopów, jak również w obiekty pokrywane warstwami metalicznymi (np. złocenia). Z powodu wielu agresywnych składników środowiska otaczającego, dzieła wykonane nawet z metali szlachetnych, ulegają procesowi korozji i utleniania zarówno w ziemi, wodzie jak i w powietrzu [A26. B73]. Dotyczy to nie tylko metali w obiektach archeologicznych odkrywanych w miejscach wykopalisk lub znalezionych w morzu, ale również dzieł sztuki eksponowanych w zanieczyszczonej atmosferze ziemskiej. Możemy podzielić obiekty metalowe na: archeologiczne, obiekty eksponowane na wolnym powietrzu – narażone na bezpośrednie zanieczyszczenia atmosferyczne i obiekty muzealne – przechowywane w mniej groźnej i kontrolowanej atmosferze wnętrz muzealnych.

Najbardziej typowa utrata estetycznych wartości metalowych dzieł sztuki jest spowodowana zmianami chemicznymi (korozją) oraz uszkodzeniami mechanicznymi. Większość metali, z wyjątkiem np. złota, nie jest stabilna. Związki chemiczne z wielu różnych źródeł z otoczenia reagują z metalami w celu utworzenia bardziej stabilnych związków, które obserwujemy, jako patynę lub korozję [A26]. Jednym z ważnych procesów w konserwacji obiektów archeologicznych i dzieł wykonanych z metalu jest czyszczenie, które jest krytycznym etapem restauracji. Wiemy, że istnieje szereg metod i technik czyszczenia, niemniej ich wybór w konserwacji danego obiektu często komplikują pytania w rodzaju, "co będzie usuwane?" lub "co będzie zachowane?". Wynika to z faktu, że rozróżnienie pomiędzy optymalnym czyszczeniem i przeczyszczeniem jest często bardzo subtelne. Wiemy również, że w konserwacji dzieł sztuki naczelną i bezwarunkowo stosowaną zasadą jest pozostawienie badanego obiektu w stanie nienaruszonym. W praktyce jest to rzadko możliwe do osiągnięcia.

Czyszczenie metali prowadzone jest najczęściej przy wykorzystaniu metod mechanicznych i chemicznych, wybranych tak, aby uwzględniały rodzaj materiału, stan obiektu i cel konserwacji. Metody te wymagają wiedzy i doświadczenia ze względu na łatwość przeczyszczenia i uszkodzenia obiektu, a w przypadkach ekstremalnych, pozostałości związków chemicznych na obiekcie mogą wywołać dalsze problemy – po dłuższym czasie.

Dziś współczesna konserwacja dzieł sztuki w procesie usuwania warstw wierzchnich – nawarstwień wykorzystuje nowe narzędzie, laser impulsowy. Czyszczenie laserowe oferuje szereg zalet w porównaniu z metodami konwencjonalnymi – chemicznymi i mechanicznymi. Niemniej, lasery wymagają dużych inwestycji początkowych, co jest prawdopodobnie największą wadą tej technologii.

Ze względu na łatwość sterowania parametrami laserów, mogą być one stosowane w sposób selektywny, a w efekcie można realizować bardziej skuteczne i bezpieczniejsze oczyszczanie dzieł [A25]. Lasery charakteryzują się wysokim stopniem kontroli procesu ablacji (łac. *ablatio* – odjęcie) warstwy wierzchniej z bardzo precyzyjnym pozycjonowaniem przestrzennym i dużą selektywnością usuwanych warstw, są również bezpieczniejsze dla użytkownika i środowiska. Dziś można powiedzieć, że uzyskano bardzo obiecujące rezultaty przy czyszczeniu różnych metali, takich jak miedź, brąz, stal, ołów i mosiądz [A5]. Mimo to, zastosowanie czyszczenia laserowego w konserwacji metalowych dzieł sztuki jest jeszcze ograniczone. W tej aplikacji, przy optymalizacji parametrów czyszczenia, różne materiały mogą wymagać różnych długości impulsów laserowych od setek mikrosekund do

pojedynczych nanosekund a nawet piko- i femtosekund. Czyszczenie laserowe jest wynikiem kombinacji wielu różnych mechanizmów fizycznych, których względna ważność w procesie usuwania warstw wierzchnich zależy od parametrów impulsu laserowego, jak również od właściwości optycznych i termicznych nawarstwień. Ponieważ większość metali ma bardzo duży współczynnik absorpcji promieniowania w zakresie nadfioletu i w zakresie widzialnym, a związki organiczne występujące na powierzchni absorbują w zakresie bliskiej i środkowej podczerwieni, czyszczenie laserami z zakresu widzialnego i podczerwieni prowadzone jest przy względnie niskich gęstościach energii zapewniających minimalne ryzyko uszkodzenia podkładu. Silna absorpcja promieniowania laserowego dla danej długości fali i czasu trwania impulsu laserowego i odpowiedniej gęstości energii (fluencji) prowadzi do szybkiej ablacji warstwy wierzchniej – niepożądanego nawarstwienia.

Poniżej przedstawione są numeryczne wyniki oddziaływania impulsowego promieniowania laserowego z realnym modelem próbki, jaką jest dwuwarstwowy metalowy oplot nici lnianej stosowanej w tkaninach zabytkowych [B48, B65]. Metalową warstwę zewnętrzną stanowi warstewka złota nałożona na cienką warstewkę – blaszkę srebrną.

Jak wspomniano wcześniej, powierzchnie wielu dzieł sztuki i zabytków są srebrzone lub złocone przy użyciu różnych technik w rodzaju złocenia ogniowego, nakładania płatków złota na wcześniej przygotowaną (wypolerowaną) powierzchnię lub elektrochemicznie. Powierzchnie złocone nie są nigdy bez wad powstałych już w trakcie procesu złocenia, albo podczas użytkowaniu lub przechowywaniu obiektów. Obiekty metalowe, warstwy metaliczne szczególnie te znajdujące się na wolnym powietrzu, akumulują deszcz, kurz i zanieczyszczenia atmosfery w postaci warstw brudu na powierzchniach, np. złoceniach. W wielu przypadkach, warstwa złota jest uszkadzana w wyniku uszkodzeń mechanicznych, korozją warstwy spodniej lub innych procesów starzenia, spowodowanych np. pęknięciem podłoża (różne współczynniki rozszerzalności złota i podłoża).

Złoto w szeregu elektrochemicznym – szeregu aktywności metali zajmuje najwyższą pozycję elektrododatnią, pozostałe metale, np.: srebro, miedź, ołów, cyna, żelazo, wapień ma potencjał elektrochemiczny ujemny. W przypadku przerwania powierzchni – ciągłości złocenia i odsłonięciu powierzchni innego metalu np. ołowiu, cyny w obecności stymulatorów korozji, czyli wilgoci i tlenu tworzy się ogniwo galwaniczne. W ogniwie złoto jest katodą, a metal podłoża jest anodą (rys.2.12). W wyniku reakcji elektrochemicznej metal podłoża ulega rozpuszczeniu i przechodzi w formę tlenkową.



Rys. 2.2.2.12. Ilustracja niszczenia uszkodzonej warstewki złota na podłożu srebrnym.

W warunkach atmosferycznych srebro jest transformowane w dwa związki: Ag<sub>2</sub>O i Ag<sub>2</sub>S. Ag<sub>2</sub>O tworzy białą warstwę, natomiast warstwa Ag<sub>2</sub>S jest zasadniczo ciemna aż do czarnej, w zależności od stopnia skorodowania. Czyszczenie zmatowionych metalowych oplotów nici stosowanych w tkaninach zabytkowych jest trudnym zagadnieniem ponieważ typowe zabiegi stosowane do tkanin i metali jednocześnie nie dają się pogodzić. Czyszczenie mechaniczne usuwa złocenie. W przypadku oplotów srebrnych lub złoconych można wykorzystać techniki chemiczne lub elektrolityczne, ale proces zanurzania w roztworach chemicznych może uszkodzić włókna i rozpuścić barwniki. W poszukiwaniu suchych metod czyszczenia testowana jest technika laserowa. Metale charakteryzują

się bardzo dużymi współczynnikami absorpcji światła (rzędu 10<sup>5</sup> cm<sup>-1</sup>) i bardzo dużymi współczynniki przewodzenia ciepła w porównaniu do wapienia czy lnu, co prowadzić może do grzania nici lnianych i związanych z tym problemów w układzie metal – tkanina. Zoptymalizowanie parametrów naświetlania laserowego, od których zależy efektywność i wielkość oddziaływania promieniowania z obiektem nie jest w tym przypadku serią prób i błędów, lecz może być oparte o wiedzę dotyczącą optycznych i termicznych własności stosowanych materiałów [B66].

Ablacja laserowa wydaje się być idealną techniką czyszczenia powierzchni pozłacanych, ponieważ złoto posiada bardzo wysoki współczynnik odbicia aż do długości fal światła zielonego i dość wysoki próg uszkodzenia – zwierciadła laserowe.



Rys. 2.2.2.13. Przykłady nakładania warstwy metalicznej – np. złota, na inne materiały (podłoża).

Mimo to należy zachować ostrożność. Transport ciepła do różnego rodzaju podkładów jest bardzo różny (rys. 2.2.2.13) i może zależeć również, od jakości techniki złocenia.

Na rysunku 2.2.2.13a) zilustrowano rozchodzenie się ciepła (wynik lokalnej absorpcji promieniowania laserowego), które jest bezpośrednio i szybko przewodzone do całej objętości warstewki złota i metalowego podłoża o dużej przewodności cieplnej. Na granicy styku warstwy pozłoty z podłożem metalowym, ciepło szybko przenosi się w głąb podłoża metalowego. Oznacza to dość wysoki próg uszkodzenia warstwy, o ile na granicy warstewka złota – metal nie występują pęcherze powietrza, (rys. 2.2.2.13a). Sytuacja zmienia się zasadniczo dla system warstwowego, z podłożem o słabej przewodności cieplnej, jak w przypadku płatków złota na drewnie lub wapieniu (kredzie), która tworzy barierę cieplną (rys.2.13b). Wówczas, nawet niewielka energia akumuluje się w cienkiej warstwie złota, znacznie obniżając próg jej uszkodzenia. Podobna sytuacja występuje dla metalowych oplotów nici stosowanych w tkaninach zabytkowych, (rys.2c). Ciepło, akumulujące się w warstwie metalowej może, oprócz nadtopienia samego metalu, uszkodzić również leżące pod spodem włókna tkaniny. Konieczny jest bardzo precyzyjny dobór poziomu progowego gęstości mocy (lub energii) impulsowego promieniowania laserowego.

### Opis modelu – geometria i założenia [B48]

Metalowy oplot nici Inianej, bawełnianej lub jedwabnej wykonany jest z cienkiej blaszki, najczęściej srebrnej, na której może znajdować się kolejna warstewka metalowa np. złota, nanoszona różnymi technologiami. Grubości tych blaszek osiągają wartości: dla złota od dziesiątych części mikrona do jednego lub kilku mikronów, a blaszka srebrna może mieć grubość kilkudziesięciu mikronów. Szerokości oplotów metalowych mogą wynosić od dziesiątych części milimetra do kilku milimetrów. W prezentowanym modelu założono dwie grubości warstewki złota 1 µm i 5 µm, a grubości warstewki srebra przyjęto od 8 µm do 40 µm. Taka dwuwarstwowa blaszka metalowa nawijana jest na nić Inianą lub bawełnianą, a całość tworzy nić z oplotem metalowym lub inaczej, nić Inianą

z oplotem srebrnym złoconym. Na rys.2.14 przedstawiono geometrię oświetlenia takiej właśnie nici, na którym zaznaczono literą "K", czarne nawarstwienie – siarczki srebra zalegające na złoconej powierzchni oplotu, podlegające usunięciu ablacyjnemu. Z kolei litera "L" oznacza warstewkę złota, literka "M" warstewkę srebra, a literka "N" nić lnianą o grubości rzędu 1 mm.





Jeśli taki metalowy oplot owinięty jest na nici Inianej lub bawełnianej istnieje zawsze ryzyko, że podczas usuwania czarnych siarczków srebra i innych zanieczyszczeń z jego powierzchni impulsowym promieniowaniem laserowym, w wyniku przewodnictwa ciepła, temperatura tylnej powierzchni metalowego oplotu może osiągnąć temperaturę przewyższającą temperaturę żółknięcia lub zwęglenia lnu lub bawełny. Podczas usuwania siarczków impulsem laserowym, procesu żółknięcia lub zwęglenia nici Inianej lub bawełnianej, owiniętej blaszką metalową nie jesteśmy w stanie zaobserwować. Stąd też głównym celem tego artykułu jest teoretyczne oszacowanie parametrów impulsu laserowego, prowadzące do usunięcia siarczków i określenia temperatury na tylnej powierzchni blaszki srebrnej, takiej, aby nie przekraczała temperatury bezpiecznej. Temperaturę na powierzchni obiektu wytwarzaną za pomocą impulsowego, krótkotrwałego impulsu laserowego jest bardzo trudno i dokładnie mierzyć w sposób bezpośredni. Jest to również jeden z powodów aby problem usuwania zanieczyszczeń modelować numerycznie, znając parametry optyczne i termiczne podłoży.

W założeniach omawianego modelu przyjęto ponadto następujące warunki:

- temperatura odparowania nawarstwień, w tym i siarczków srebra musi być niższa od temperatury topnienia złota T<sub>m;</sub>
- temperatura żółknięcia lnu, bawełny i papieru nie powinna przekraczać 400 K i jest to temperatura bezpieczna (kilkadziesiąt stopni zaniżona według nielicznych i różnych danych literaturowych);

Ponieważ temperatura parowania siarczków srebra jest mniejsza od temperatury topnienia złota, nie będziemy się tą warstewką zajmować w trakcie obliczeń. Do obliczeń wykorzystano równania opisujące oddziaływanie impulsowego promieniowania laserowego z materią dla "małych gęstości mocy". Grubość warstewki złota przyjmowano 1 µm i 5 µm, a grubość warstewki srebra 8 µm i 40 µm. Warstewki te leżą z kolei na dość grubej warstewce (bawełny lub lnu), charakteryzującej się małym współczynnikiem przewodzenia ciepła. Taki zestaw warstewek modeluje w naszym przypadku nić bawełnianą z oplotem metalowym. Zagadnienie sprowadza się więc do dobrania takiej wartości natężenia napromienienia aby usunąć siarczki i nie nadtopić warstewki złota leżącej na warstewce srebra. Jest to dla procesu oddziaływania laser-tarcza górna wartość temperatury na powierzchni zewnętrznej. Ponadto w trakcie procesu przewodzenia ciepła przez obie warstwy metaliczne, dążymy do tego aby temperatura na styku powierzchni tylnej (srebra) np. z lnem nie osiągała temperatury jego żółknięcia lub zwęglenia. Możemy zatem następująco sformułować nasze zagadnienie: dla jakich

czasów trwania impulsów laserowych i ich gęstości mocy (lub energii) uzyskamy temperaturę na powierzchni oplotu metalowego poniżej temperatury topnienia, a nie przekroczymy na ich tylnej powierzchni temperatury żółknięcia lnu.

### Wyniki obliczeń numerycznych; Przypadek 1

W tym podpunkcie przedstawiono wyniki obliczeń numerycznych oświetlania tarczy pokazanej na rys.2.14. Grubość warstewki złota przyjęto 5 µm a grubość warstewki srebra 8 µm. Parametry impulsu laserowego: gęstość mocy,  $Q_0 = 3,0 \ 10^7 \ W/cm^2$ , czas trwania impulsu w połowie wysokości,  $\tau = 10$  ns, a gęstość energii (fluencja) na powierzchni warstewki złota, E = 0,31 J/cm<sup>2</sup>. Te parametry impulsu laserowego są parametrami granicznymi i nie spowodują – według naszych wcześniejszych założeń i oszacowań, osiągnięciu temperatury topnienia złota, co przedstawiono na poniższych wykresach.



Rys. 2.2.2.15a. Geometria analizowanej próbki przyjęta do obliczeń.

Opis rysunku 2.15a jest następujący: oś rzędnych: temperatura w [K]; oś odciętych: grubość warstw w [  $\Box w$ ] rsobwka: złota rologzawyszary – warstewka srebra; obszar seledynowy – warstwa bawełny. Długa czerwona kreska – temperatura otoczenia 300 [K]; czarne kreski poziome (na górze rysunku 2.15a) – temperatura topnienia złota T<sub>topnienia</sub> = 1360 [K] i srebra T<sub>topnienia</sub> = 1240 [K]; kreska różowa – temperatura żółknięcia-zwęglenia bawełny T<sub>krytyczna</sub> 400 [K]. W białym prostokącie kształt czasowy impulsu laserowego. Parametry impulsu laserowego podano w prawym górnym rogu dla każdego analizowanego przypadku oświetlania tarczy impulsem laserowym, w przypadku 1: gęstość mocy, Q<sub>0</sub> = 3.0 10<sup>7</sup> [W/cm<sup>2</sup>], czas trwania impulsu w połowie wysokości,  $\tau = 10$  [ns], gęstość energii, E = 0,31 [J/cm<sup>2</sup>]. Dla tych parametrów impulsu laserowego osiągana temperatura na powierzchni złota jest mniejsza o kilkadziesiąt kelwinów od temperatury jego topnienia.


Rys. 2.2.2.15b. b). Rozkład temperatury w próbce po czasie 5 ns. c). Rozkład temperatury w próbce po czasie 14 ns. W białym prostokątnym polu (rys. 2.2.2.15b) widoczny, ubywający w czasie impuls laserowy.



Rys. 2.2.2.15. (d). Rozkład temperatury w próbce po czasie 19 ns (zakończenie impulsu laserowego. (e). Rozkład temperatury w próbce po czasie 50 ns.

Początek dyfuzji ciepła w warstewce srebra (rys. 2.2.2.15d) – wzrost temperatury w warstewce srebra. Koniec impulsu laserowego.



Rys. 2.2.2.15. (f). Rozkład temperatury w próbce po czasie 100 ns. (g). Rozkład temperatury w próbce po czasie 400 ns.

Widoczny dalszy wzrost temperatury w warstewce srebra (rys.2.2.2.15f), widoczny również wzrost temperatury na tylnej powierzchni warstewki srebra względem temperatury otoczenia. Po czasie 400 ns od początku impulsu laserowego, tylna powierzchnia warstewki srebra osiąga założoną, graniczną temperaturę żółknięcia nici bawełnianej. Jest to przypadek optymalny. Dla takich parametrów impulsu laserowego i przy takich grubościach warstewek złota i srebra możemy spodziewać się optymalnego i sprawnego usuwania nawarstwień z takiego oplotu. Na rys.2.2.2.15g widoczny jest również szybki spadek dyfuzji ciepła do warstwy lnu charakteryzującej się niskim współczynnikiem przewodnictwa ciepła. Głębokość dyfuzji ciepła w warstewce lnu jest poniżej 0,5 µm.

### Przypadek 2

W tym podpunkcie, odpowiednio na rys. 2.2.2.16a i 2.2.2.16b, przedstawiono jedynie dwa skrajne przypadki zestawów parametrów impulsu dla dwóch analogicznych czasów, jak w procesie oddziaływania laser-tarcza z rys. 2.2.2.15c do 2.2.2.15g. W tym jednak przypadku zmieniono grubość warstewki złota z 5 µm na 1 µm pozostawiając niezmienione parametry impulsu laserowego.



Rys. 2.2.2.16. (a). Rozkład temperatury w próbce po czasie 14 ns. (b). Rozkład temperatury w próbce po czasie 400 ns.

W porównaniu jednak z rysunkiem 2.2.2.15c, po upływie 14 ns temperatura na powierzchni złota osiągnęła również wartość maksymalną, lecz temperatura na granicy złoto-srebro wzrosła do wartości około 700 K, porównywalnej z temperaturą w grubszej warstewce złota na tej samej głębokości (rys 2.2.2.15c).

### Przypadek 3

W tym podpunkcie przedstawiono wyniki obliczeń numerycznych oświetlania tarczy zilustrowanej na rys.2.14. Grubość warstewki złota przyjęto 5  $\mu$ m a grubość warstewki srebra 8  $\mu$ m. Parametry impulsu laserowego przyjęto następujące: gęstość mocy, Q<sub>0</sub> = 9.0 10<sup>6</sup> W/cm<sup>2</sup>, czas trwania impulsu w połowie wysokości,  $\tau = 100$  ns, a gęstość energii (fluencja) na powierzchni złotej warstewki, E = 0.94 J/cm<sup>2</sup>. Te parametry impulsu laserowego są z kolei parametrami granicznymi zapewniającymi, że temperatura na powierzchni warstewki złota nie przekroczy temperatury topnienia. Ograniczymy się jedynie do kilku istotnych wyników obliczeniowych przedstawionych odpowiednio na rys.2.2.2.17a, b i c.



Rys. 2.2.2.17. (a). Rozkład temperatury w próbce po czasie 130 ns. (b). Rozkład temperatury w próbce po czasie 200 ns.



Rys. 2.2.2.17. (c). Rozkład temperatury w próbce po czasie 400 ns.

Po czasie 400 ns widoczny jest już duży wzrost temperatury do około 560 K na tylnej powierzchni warstwy srebra, która znacznie przekracza temperaturę żółknięcia i zwęglenia lnu (rys. 2.2.2.17c).

#### Przypadek 4

Możemy rozważyć również zagadnienie postawione inaczej: jaka powinna być grubość obu warstewek aby temperatura na tylnej powierzchni srebra nie osiągała wartości temperatury żółknięcia lnu. Obliczenia przeprowadzono dla warstewki złota o grubości 1 μm i 5 μm, a przykładowe wyniki analizy przedstawiono na poniższych rysunkach. Ze względu na podobieństwo otrzymanych wyników obliczeń dla warstewek złota o tych dwóch grubościach, przedstawione zostaną jedynie wybrane wyniki obliczeń dla warstewki złota o grubości 1 μm. Parametry impulsu laserowego przyjęto tak, jak w **Przypadku 3**. Na rysunkach 2.2.2.18a-d pokazano rozwiązanie dla optymalnej grubości warstwy srebra. Jako grubość optymalną rozumiemy tu taką grubość, dla której temperatura na tylnej powierzchni srebra osiąga wartość krytyczną.



Rys. 2.2.2.18. (a). Rozkład temperatury w próbce po czasie 130 ns. (b). Rozkład temperatury w próbce po czasie 200 ns.



Rys. 2.2.2.18. (c). Rozkład temperatury w próbce po czasie 1000 ns. (d). Rozkład temperatury w próbce po czasie 3000 ns.

Jak widać z rysunku 2.2.2.18d temperatura na tylnej powierzchni warstewki srebra osiąga wartość graniczną, około 400 K po czasie 3000 ns od początku impulsu laserowego.

Zastosowanie laserów w konserwacji metali nie jest wciąż powszechnie zaakceptowane, ze względu na wciąż nierozwiązane problemy, takie jak zachowanie oryginalnej powierzchni, wiedza o tworzeniu się niepożądanych laserowo indukowanej modyfikacji warstwy wierzchniej, czy końcowa morfologia naświetlonych powierzchni. Stąd próby analitycznego lub numerycznego opisu zagadnienia oddziaływania impulsów laserowych z oświetlaną powierzchnią (warstwą wierzchnią – nawarstwieniem) dzieła sztuki [A25].

Powyżej przedstawiono opracowany model numeryczny opisujący zachowanie się wielowarstwowych próbek metalicznych, pod wpływem oświetlania ich impulsem laserowym dla niskich gęstości mocy, do 10<sup>8</sup> W/cm<sup>2</sup>. Obliczenia numeryczne przeprowadzono dla impulsów laserowych o czasie trwania 10 ns i 100 ns i dla takich gęstości mocy promieniowania laserowego, aby temperatura na powierzchni warstwy wierzchniej nie przekraczała temperatury jej topnienia.

Opracowany model numeryczny wykazuje dużą uniwersalność i poprawnie pokazuje jakościowoilościowe zachowanie się naświetlanych obiektów. Może być wykorzystany podczas opisu oddziaływania jednego lub wielu impulsów laserowych z próbką, w dowolnych przedziałach czasu i w dość szerokim zakresie wykorzystywanych gęstości mocy impulsów laserowych, stosowanych podczas usuwania nawarstwień z dzieł sztuki. Podstawowy wniosek z przeprowadzonych obliczeń jest taki, że w każdym przypadku wydłużanie impulsu laserowego, przy zachowanej całkowitej gęstości mocy w impulsie laserowym, powoduje zwiększenie temperatury na tylnej powierzchni analizowanej próbki, co jest niekorzystne dla np. nici lnianej.

W praktyce konserwatorskiej, podczas usuwania czarnych siarczków srebra z powierzchni złota i srebra promieniowaniem laserowym – ablacja laserowa – oczyszczona powierzchnia może stać się bardziej rozwiniętą, może nastąpić usunięcie warstewki złota, a powierzchnia srebrna przyjmuje matowy, srebrzysty kolor. W warunkach rzeczywistych grubość warstewki złota jest niejednorodna. W wielu miejscach zaobserwować można odspojenia warstewki złota lub jego brak w wyniku ścierania. Wszelkie niejednorodności (np. pęcherze powietrza pod warstwami metalicznymi) mogą powodować lokalne, w skali mikro – mikro eksplozje, uszkodzenia warstwy wierzchniej, co przedstawiono na rys.2.2.2.19.



Rys. 2.2.2.19. Fotografie SEM pokazujące (w białym kółku) obszar mikro eksplozji na warstwie Cr, (niewidoczny gołym okiem), przy braku charakterystycznego krateru ablacyjnego warstwy wierzchniej [A4].

### 2.2.3. Wytwarzanie jedno-, dwu- i trójwymiarowych struktur periodycznych

Interferencja dwóch wiązek (rys. 2.2.3.1) wytwarza jedno-wymiarowy obraz linii.



Rys. 2.2.3.1. Ilustracja interferencji dwóch fal płaskich padających pod kątem  $\theta$  i  $-\theta$ . Interferencja wytwarza proste, równoodległe prążki interferencyjne w płaszczyźnie x - y.

Poniżej przedstawiono obrazy interferencyjne dwóch wiązek światła. Kąt połówkowy między wiązkami zaznaczono na każdym rysunku.



Rys. 2.2.3.2. Obliczony numerycznie rozkład natężenia dla dwóch interferujących wiązek laserowych, pod kątami zaznaczonymi na rysunkach.

### 2.2.3.1. Interferencja "2 + 2" skrzyżowanych wiązek laserowych

Wcześniej przedstawione zostały obliczenia teoretyczne jednowymiarowej (1D) periodycznej siatki w wyniku użycia dwuwiązkowej techniki interferencyjnej. Aby wytworzyć dwuwymiarową strukturę periodyczną został wprowadzony obrót "podłoża" o kąt  $\alpha$ , który definiowany jest, jako kąt pomiędzy dwoma płaszczyznami dwóch wiązek laserowych i płaszczyzną x - z. Na rys. 2.2.3.4 przedstawiono taki właśnie układ dwóch wiązek obróconych dodatkowo o kąt  $\alpha$  względem położenia pierwotnego, rys. 2.2.3.3 i b.



Rys. 2.2.3.3. Ilustracja dwóch interferujących wiązek światła, jak z poprzedniego rys. 2.22, obróconych w płaszczyźnie x - z, (równoważność obrotu podłoża). a) o kąt  $\alpha$  i b) o kąt  $\alpha = 90^{\circ}$ . Różna orientacja jedno wymiarowej struktury periodycznej dająca w wyniku strukturę 2D.

Poniżej przedstawiono obrazy interferencyjne (2+2) dwóch wiązek światła, w dwóch kolejnych ekspozycjach. Druga ekspozycja poprzedzona była obrotem podłoża o 90<sup>°</sup>, jak na rys. 2.2.3.3b. Kąt połówkowy między wiązkami zaznaczono na każdym rysunku.



Rys. 2.2.3.4. Obliczony numerycznie rozkład natężenia dla dwóch interferujących wiązek laserowych, pod kątami zaznaczonymi na rysunkach, a następnie interferencja tychże dwóch wiązek na płaszczyźnie obróconej o 90<sup>0</sup>

Rys. 2.2.3.4 ilustruje podwójną ekspozycję naświetlanej tarczy – eliminację jednocześnie interferujących czterech wiązek laserowych.

# 2.2.3.2. Analiza numeryczna jednoczesnego oddziaływania interferujących wiązek laserowych z materią



Rys. 2.2.3.5. lustracja interferencji dwóch fal płaskich. Kąt pomiędzy wiązkami wynosi  $2\theta$ . Interferencja wytwarza proste, równoodległe prążki interferencyjne w płaszczyźnie x - y, prostopadłej do rysunku.

Dwie przekrywające się wiązki laserowe padając na powierzchnię materiału wytwarzają periodyczny, liniowy obraz prążków interferencyjnych. W modelu geometrycznym przyjętym do obliczeń numerycznych wybrano trzy sąsiednie prążki (z wielu), odległe od siebie o d = 925 nm, co oznacza, że kąt pomiędzy interferującymi wiązkami wynosi:  $2\theta \approx 70^{\circ}$ , dla długości fali promieniowania laserowego,  $\lambda = 1064 nm$ , jak pokazano to na rys. 2.2.3.5. Do obliczeń numerycznych przyjęto trzy prążki interferencyjne, a każdy prążek ma taką samą wartość natężenia promieniowania. Równolegle przedstawiono oddziaływanie dwóch prążków interferencyjnych odległych od siebie o d = 1850 nm

W modelu numerycznym przyjęto ponadto, że każdy z powstałych prążków interferencyjnych jest o szerokości 250 nm na połowie wysokości natężenia i jest dwukrotnie węższy od szerokości teoretycznej. Założono ponadto, że rozkład natężenia w prążku interferencyjnym w kierunku poprzecznym ma kształt krzywej tzw. "supergaussa". Takie założenia podyktowane były przede wszystkim weryfikacją modelu numerycznego, w celu sprawdzenia:

- jak daleko sięga strefa wpływu ciepła i przetopienia materiału tarczy w przedziale czasu trwania impulsu,
- czy sąsiednie impulsy laserowe nie spowodują jednoczesnego procesu topnienia i ablacji materiału warstewki Al, w obszarze sąsiadujących ze sobą wiązek laserowych.

Oznacza to, że chcemy uzyskać rozseparowane sąsiednie obszary ablacji materiału tarczy z wyraźną granicą, dla danej gęstości mocy, długości światła laserowego i kąta między wiązkami laserowymi. Tym samym oznacza to, że nie chcemy otrzymać struktury periodycznej w postaci, jak na rys. 2.2.3.6.



Rys. 2.2.3.6. Ilustracja niepożądanego efektu ablacji warstwy Al podczas oświetlania wiązką laserową o periodycznym rozkładzie natężenia.

### 2.2.3.3. Wyniki obliczeń numerycznych

W pierwszym podejściu do zagadnienia obliczeń numerycznych przyjęto naświetlanie próbki aluminiowej trzema równoległymi i równoodległymi prążkami interferencyjnymi, powstałymi w wyniku interferencji dwóch wiązek laserowych dużej mocy. Równania problemu nie będą w tym miejscu przedstawione. Równania problemu opisano w rozdziale 2.2.2 niniejszego sprawozdania. **Do obliczeń przyjęto poniższe wartości stałych materiałowych.** 

- dla aluminium:  $\rho_0$ = 2,78 [g/ccm],  $\mu_0$ = 27,6 [GPa],  $Q_t$ =397 [J/g],  $Q_w$ = 1,086·10<sup>4</sup> [J/g],  $T_t$ = 934 [K],  $T_w$ = 2972 [K],  $K_0$ = 1·10<sup>6</sup> [1/cm],  $\chi_0$ = 1,96·10<sup>-11</sup> [J/(cm·s·K)],  $\chi_1$ =2,37 [J/(cm·s·K)],  $c_{v0}$ = 1,086 [J/(g·K)],  $k_1$ =47 [GPa],  $\gamma$ = 2, A = 0,09 [GPa], B=0,2 [GPa], C=0,0083 ,n= 0,73, m=1,7.

- **dla kwarcu**:  $\rho_0$ = 2,5 [g/ccm],  $\mu_0$ =28 [Gpa],  $Q_t$  =400 [J/g],  $Q_w$  =1·10<sup>4</sup> [J/g],  $T_t$  = 1500 [K],  $T_w$  = 3000 [K], K0=0,  $\chi_0$ =1,96·10<sup>-11</sup> [J/ J/(cm·s·K)],  $\chi_1$ =8,8·10<sup>-3</sup> [J/(cm·s·K],  $c_{v0}$ =0,63 [J/(g.K)],  $k_1$ =25 [GPa],  $\gamma$  = 1,16, A = 0,1 [GPa], B = 0, C = 0, m = 1.





Na rys. 2.2.3.7 przedstawiono rozkłady temperatur oraz gęstości materii - Al, wyliczone z modelu numerycznego, dla trzech różnych gęstości mocy promieniowania laserowego, zaznaczonych na rysunkach. W górnej części każdego rysunku przedstawiono "część" czasu trwania impulsu, czyli tę część impulsu laserowego, która nie została zaabsorbowana w materiale tarczy.



Rys. 2.2.3.8. Wyniki obliczeń numerycznych rozkładu temperatury w warstewce Al o grubości 400 nm w czasie trwania impulsu. Gęstość mocy w impulsie laserowym: 5·10<sup>8</sup> W/cm<sup>2</sup>.



Rys. 2.2.3.9. Wyniki obliczeń numerycznych rozkładu temperatury w warstewce Al o grubości 400 nm w czasie trwania impulsu. Gęstość mocy w impulsie laserowym: 7·10<sup>8</sup> W/cm<sup>2</sup>.



Rys. 2.2.3.10. Wyniki obliczeń numerycznych rozkładu gęstości – krateru utworzonego po oddziaływaniu impulsów laserowych. Odrzucono te gęstości materii które mają gęstość poniżej 2,5 g/cm<sup>3</sup>. Gęstość mocy w impulsie laserowym 7·10<sup>8</sup> W/cm<sup>2</sup>.





Rys. 2.2.3.11. Wyniki obliczeń numerycznych rozkładu temperatury w warstewce Al o grubości 400 nm w czasie trwania impulsu. Gęstość mocy w impulsie laserowym: 9·10<sup>8</sup> W/cm<sup>2</sup>.



Rys. 2.2.3.12. Wyniki obliczeń numerycznych rozkładu gęstości – krateru utworzonego po oddziaływaniu impulsów laserowych. Odrzucono te gęstości materii które mają gęstość poniżej 2,5 g/cm<sup>3</sup>. Gęstość mocy w impulsie laserowym  $9 \cdot 10^8$  W/cm<sup>2</sup> [B70].

### 2.2.4. Badania eksperymentalne periodycznego strukturowania powierzchni metali

### 2.2.4.1. Układ eksperymentalny interferometru - laser dwukanałowy

W dwu lub wielowiązkowej litografii interferencyjnej wykorzystującej światło, powszechnie używa się wielu układów optycznych – interferometrów: z podziałem frontu falowego, lub z podziałem amplitudy. Wiązka światła musi jednak posiadać odpowiedni stopień spójności czasowej i przestrzennej. W bezpośredniej litografii interferencyjnej wykorzystuje się promieniowanie laserowe, które jest na tyle spójne w czasie i w przestrzeni, że możemy wykorzystywać nawet lasery impulsowe emitujące wiele modów wzdłużnych. Stopień spójności wiązki ze zwykłego lasera na Nd:YAG, pracującego nawet na kilkunastu czy kilkudziesięciu modach wzdłużnych zapewnia powstanie prążków interferencyjnych o znacznym kontraście, co przedstawiono na wykresie (rys. 2.2.4.1).



Rys. 2.2.4.1. Zależność kontrastu interferującego natężenia światła w funkcji drogi spójności. Parametrem na wykresie jest liczba generowanych modów wzdłużnych lasera.



Rys. 2.2.4.2. Układ eksperymentalny do bezpośredniej litografii interferencyjnej – nanoszenia liniowych struktur periodycznych metodą topnienia i ablacji laserowej.

Rysunek 2.2.4.2 przedstawia układ optyczny zbudowany do bezpośredniej litografii interferencyjnej. Układ optyczny stanowi interferometr Macha-Zehndera, w ramionach, którego znajdują się wzmacniacze promieniowania laserowego – łatwość regulacji natężenia światła w interferujących wiązkach. Drugą praktyczną zaletą jest automatyczne wyrównanie dróg optycznych w obu ramionach interferometru. Trzecią zaletą jest z kolei łatwość zmiany kąta interferencji obu wiązek laserowych w dość szerokich zakresach. Oczywiście, podobnie jak w każdym tego typu technologii litograficznej z wykorzystaniem światła, należy zapewnić odpowiednią płaskość wszystkich elementów optycznych wchodzących w skład układu. W przypadku depolaryzacji pierwotnie spolaryzowanej wiązki laserowej w wyniku zjawiska dwójłomności termicznej w prętach laserowych, na wyjściu zastosowano dodatkowo dwa polaryzatory. Sprawdzenie poprawności działającego układu laserowego – "interferometru Macha-Zehndera przedstawiono na rys. 2.2.4.3. Test eksperymentalny polegał na potwierdzeniu zachowania fazy między kolejnymi naświetleniami folii Al, za pomocą interferujących wiązek laserowych w płaszczyźnie ich pełnego przekrycia. Na rys. 2.2.4.3 przedstawiono wielokrotną ekspozycję folii aluminiowej podczas kolejnych naświetleń.

Podobnie jak i w cytowanych układach interferometrów, można również wytwarzać kształty krzyżowe i struktury hierarchiczne poprzez nakładanie liniowych wzorów interferencyjnych pod różnymi kątami. Jak należy oczekiwać, wytwarzanie takich hierarchiczne ukształtowanych powierzchni stanowi duże wyzwanie dla eksperymentatorów, szczególnie ze względu na zależność, jakości struktury końcowej od gęstości energii zastosowanej w każdym kroku (dla każdej otrzymywanej siatki dyfrakcyjnej).

### 2.2.4.2. Wyniki eksperymentalne periodycznego strukturowania powierzchni metali

Dolna (teoretyczna) granica odległości prążków interferencyjnych wynosi połowę długości fali promieniowania oświetlającego. W praktyce graniczna odległość między prążkami jest większa, spowodowana jednoczesnym wpływem parametrów samej wiązki laserowej (stopień spójności i polaryzacji) oraz fizycznych i chemicznych właściwości obrabianego materiału. Na odległość między prążkami ma również wpływ inny ważny parametr promieniowania laserowego a mianowicie gęstość energii i czas trwania impulsu laserowego. W pierwszej kolejności wykonano eksperyment, w którym potwierdzono zachowanie fazy między kolejnymi naświetleniami folii Al, za pomocą interferujących wiązek laserowych w płaszczyźnie ich pełnego przekrycia. Zilustrowano to na rys. 2.2.4.3. Na rys. 2.2.4.3a, z lewej strony folia Al naświetlana była dwoma kolejnymi impulsami w tym samym miejscu. Z kolei część środkowa i część znajdująca się po prawej stronie naświetlano jednokrotnie. Dla celów prezentacji, tzn. przedstawienia wielokrotnej ekspozycji folii Al, przed folią wstawiono szczelinę o szerokości około pół milimetra, aby takie struktury przedstawić na jednej fotografii w jednym powiększeniu.



a)

b)

Rys. 2.2.4.3. Eksperyment potwierdzający zachowanie fazy między kolejnymi naświetleniami folii Al, za pomocą interferujących wiązek laserowych w płaszczyźnie ich pełnego przekrycia



Rys. 2.2.4.4. Liniowa struktura periodyczna naniesiona na warstwę Au o grubości 50 nm, leżącej na warstwie Cr (50 nm) i leżących na kwarcu. Przykład strukturowanie powierzchni bez usuwania (nadtapianie) materiału dla dwóch przypadków gęstości energii – fluencji w przedziale gdy;  $F_m < F < F_{pr. abl}$ . Całkowita szerokość zdjęcia 150 µm.



a)





Rys. 2.2.4.5. Ilustracja zachowania stałego periodu siatki dyfrakcyjnej przy zmianie szerokości i głębokości powstałych zagłębień, wykonanej w warstewce Au o grubości 50 nm leżącej na warstewce Cr o grubości 50 nm.

Jedną z podstawowych zalet zbudowanego układu jest możliwość bardzo łatwej zmiany natężenia światła w prążkach interferencyjnych, co zaprezentowano na rys. 2.2.4.5. Oznacza to, że możliwy jest nawet proces periodycznego polerowania warstwy wierzchniej, co pokazuje rys. 2.2.4.5a.

Zdjęcia na rys. 2.2.4.5 b,c, i d ilustrują coraz głębsze wytopienie warstewki złota leżącej na warstewce chromu o grubości 50 nm. Rys. 2.2.4.5e przedstawia całkowite usunięcie warstewki złota z powierzchni chromu, w wyniku procesu ablacji.





c)

d)

Rys. 2.2.4.6 a). Liniowa struktura dyfrakcyjna na zwierciadle wykonanym z miedzi dla przestrajalnego lasera  $CO_2$ . Całkowita szerokość zdjęcia 150 µm. b). Liniowa struktura dyfrakcyjna na powierzchni półprzewodnikowej płytki krzemowej. c). Kwadratowa struktura na powierzchni warstewki złota o grubości 50 nm. Całkowita szerokość zdjęcia 150 µm. d). Heksagonalna struktura dyfrakcyjna na warstewce chromu o grubości 50 nm.

Na rys. 2.2.4.7 przedstawiono obrazy dyfrakcyjne struktur periodycznych: liniowej, kwadratowej i heksagonalnej w świetle lasera He-Ne.



Rys. 2.2.4.7. Obrazy dyfrakcyjne struktur periodycznych: liniowej, kwadratowej i heksagonalnej w świetle lasera He-Ne.

Na poniższych rysunkach przedstawiono jednowymiarową siatkę dyfrakcyjną uzyskaną na warstwie chromu. Kąt połówkowy między dwoma interferującymi wiązkami 25<sup>0</sup>, co oznacza, że odległość między prążkami wynosi około 1,7 μm.



Rys. 2.2.4.8. Obraz struktury periodycznej z mikroskopu optycznego.



Rys. 2.2.4.9. Obra struktury periodycznej z mikroskopu sił atomowych (AFM); a) widok struktury w płaszczyźnie x-y; b) pomiar głębokości ablacji (głębokości rowków) siatki.

### 2.2.4.3. Podsumowanie

Zastosowanie impulsowych laserów dużej mocy w bezpośredniej litografii interferencyjnej – modyfikacji i strukturowaniu warstw wierzchnich materiałów: metali, półprzewodników, izolatorów, ceramik i polimerów [A120, B71] jest coraz powszechniej akceptowane. Za pomocą impulsowego promieniowania laserowego powierzchnie metalowe mogą być w różny sposób zmodyfikowane tak, aby spełniały fizyczne, chemiczne i mechaniczne wymagania i obejmują takie technologie, jak np. przetapianie, strukturowanie, rekrystalizację czy utwardzanie uderzeniowe. W opracowaniu przedstawiono teoretyczne i eksperymentalne wyniki oddziaływania impulsowego promieniowania laserowego rodzaju próbkami metali i warstewkami metalicznymi naparowanymi na podłoże z kwarcu. Opracowany system laserowy – interferometr Macha-Zehndera ze wzmacniaczami laserowymi wewnątrz ramion interferometru umożliwia nanoszenie struktur periodycznych praktycznie na wszystkich powierzchniach ciał stałych. Przewidziana jest dalsza jego modyfikacja w postaci przetwarzania podstawowej długości fali na jego wyższe harmoniczne. Strukturowanie powierzchni przeprowadzano w dość szerokim zakresie gęstości mocy impulsów laserowych, co skutkowało periodycznym polerowaniem powierzchni, nadtapianiem i topnieniem warstwy wierzchniej oraz ablacją – usuwaniem warstwy wierzchniej (np. złota).

Niezależnie od w/w faktów, fotoniczne metody wytwarzania mikro- i submikronowych struktur mają szereg zalet ze względu na zdalną i bezkontaktową obróbkę, elastyczność w trakcie obróbki materiałów oraz precyzyjne dozowanie energii w celu otrzymywania struktur periodycznych jedno-, dwu- i trójwymiarowych.

# 3. Analiza i badania laserów ciała stałego pompowanych wiązkami światła

## 3.1. Wstep

W sprawozdaniu podsumowano wyniki analiz teoretycznych, modelowania i prac eksperymentalnych prowadzonych w latach 2010 - 2012 nad pompowanymi wiązkami światła laserami ciała stałego generującymi w obszarze bliskiej i średniej podczerwieni. Podstawowe zastosowania specjalne takich laserów to wskaźniki i desygnatory celu, układy oświetlaczy w fotografii laserowej, układy zakłócania systemów naprowadzania pocisków samonaprowadzających się w średniej podczerwieni, dalmierze laserowe itp. Lasery takie mogą być także z powodzeniem wykorzystywane w systemach monitoringu skażeń, w diagnostyce i terapii medycznej. Podstawowy nacisk położono na źródła generujące w obszarze widma > 1.5  $\mu$ m. Przykładami takich laserów są : hybrydowe lasery Er:YAG (r. 3.4), Ho:YAG (r. 3.5) pompowane wiązkami generowanymi przez odpowiednie lasery włóknowe, pompowany wzdłużnie diodą laserową laser Tm:YLF (r. 3.6) oraz lasery światłowodowe (r.3.8, 9). Przeprowadzono ponadto wstępne prace studialne nad neodymowymi i iterbowymi laserami pompowanymi poprzecznie (r.3. 7) z myślą o konstrukcji nowej generacji oświetlaczy laserowych o energii impulsu ~ 100 mJ. W pierwszej części (r. 3.2) przedstawiono pokrótce prace nad optycznymi układami formującymi wiązkę pompującą, w kolejnej części (r. 3.3) omówiono wyniki analiz teoretycznych i modelowania, w kolejnych cześciach przedstawiono najciekawsze wyniki prac eksperymentalnych.

## 3.2. Układy optyczne formujące wiązki pompujące

Ze względu na sposób pompowania laserów na ośrodkach objętościowych, układy pompujące dzielimy na dwie grupy: i/ układy przeznaczone do pompowania wzdłużnego, ii/ układy przeznaczone do pompowania poprzecznego. W pierwszej grupie (patrz rys. 3.2.1) zadanie układu optycznego polega na wytworzeniu w ośrodku czynnym kaustyki o zadanych parametrach (średnicy, zasięgu Rayleigha, odpowiedniej zbiegowej) dopasowanych do modu podstawowego rezonatora oraz drogi absorpcji w ośrodku. Z reguły (choć nie zawsze) wiązka wejściowa cechuje się pełną symetrią kołową, stąd konstrukcja takiego układu jest zadaniem standardowym.





Rys. 3.2.1. Schemat układu formującego osiowo- Rys. 3.2.2. Schemat formującego układu osiowo-symetryczną wiązkę pompującą. symetryczną wiązkę pompującą.

W ostatnich latach opracowaliśmy i zweryfikowaliśmy w praktyce wiele takich układów poprawnie realizujących zadanie. Korzystając z tych doświadczeń sformułowana została metodyka projektowania umożliwiająca optymalne dopasowanie toru formującego dla zadanych parametrów wiązki pompującej do konkretnego zadania. Wykorzystano tu metodę quasi-geometryczną oraz wcześniejsze prace autorów sprawozdania dotyczące tego zagadnienia. Metodykę tą wykorzystano także do projektowania torów formujących skolimowane wiązki diod laserowych o pewnej asymetrii oraz układów wprowadzania wiązki pompującej do laserów włóknowych w tym laserów na włóknach fotonicznych o dużych NA >0.5. W tym ostatnim przypadku konieczne jest stosowanie elementów asferycznych. Ze względu na opanowanie w ostatnich latach w naszym zespole technologii spawania różnych typów włókien zadanie to w odniesieniu do potrzeb grupy laserów światłowodowych przestało być aktualne.

Równolegle prowadzono analizy teoretyczne, prace studialne i konstrukcyjne nad układami formującymi wiązki 1D i 2D stosów diod laserowych (patrz rys. 3.2.2) przeznaczonych do pompowania poprzecznego. Dostępne są obecnie 2D stosy LD z kolimacją w osi szybkiej co daje możliwość uzyskanie bardzo dużych gęstości mocy (rzędu 100 kW/cm<sup>2</sup>) w kaustyce w ośrodku czynnym. Dla tego typu źródeł pompujących opracowano metodykę projektowania bazującą na formalizmie ABCD-4D oraz metodzie quasi-geometrycznej, umożliwiającą badania transformacji dowolnych, ogólnie asymetrycznych wiązek światła w torach optycznych. Wykorzystując to narzędzie opracowano tory optyczne przeznaczone do formowania wiązek generowanych przez 2D stosy diod laserowych zakupione w ramach projektu [MD3]. Przykładowe wyniki obliczeń grupy takich układów przeznaczonych dla typowego 2D stosu z kolimacją w osi szybkiej przedstawiono w Tab. 3.1. Na bazie tych obliczeń wykonano projekty układów pompujących oraz modele laboratoryjne takich układów zintegrowanych w jednej modułowej głowicy z ośrodkiem czynnym w postaci slabu. Wyniki wstępnych badań laboratoryjnych laserów pompowanych poprzecznie z wykorzystaniem ww. układów formujących przedstawiono w p. 3.7 sprawozdania.

Tab. 3.1. Wyniki obliczeń parametrów kaustyki dla wiązki 2D stos z różnymi soczewkami cylindrycznymi: S<sub>max</sub> – gęstość mocy w kaustyce dla mocy padającej P<sub>0</sub>=1kW, Dx, Dy – szerokości wiązek odpowiednio w x-y kierunkach, NA<sub>Y</sub> – apertura numeryczna w kierunky y, ZR<sub>YAG,y</sub> – zasięg Rayleigha w ośrodku YAG (n<sub>YAG</sub> = 1.82).

nazwa	H'F' [mm]	S'F' [mm]	D <sub>x</sub> [mm]	D <sub>y</sub> [mm]	NA <sub>y</sub>	S <sub>max</sub> [kW/cm <sup>2</sup> ]	ZR <sub>YAG,y</sub> [mm]
R8	17.8	14.3	11.2	0.084	0.44	106.29	0.17
R13-4 mrad	28.9	25.4	12	0.126	0.271	65.9	0.42
R13-8 mrad	28.9	25.4	12.	0.244	0.271	34	0.82
LJ1821L2-B	50	47.4	14.3	0.252	0.155	27.75	1.48
LJ1105L2-B	80	77.2	18.4	0.342	0.097	15.89	3.21

### 3.3. Modelowanie i optymalizacja laserów quasi-trójpoziomowych

Większość laserów będących przedmiotem naszych prac należy do grupy laserów quasi-trójpoziomowych (QTP) w których ze względu na częściowe obsadzenie dolnego poziomu laserowego występują straty reabsorpcyjne. Naszym celem było opracowanie prostych modeli analitycznych umożliwiających optymalizację laserów QTP pracujących w reżimach CW i impulsowym. Opracowano m.in. model pompowania ośrodka QTP, model generacji CW i impulsowej w reżimie przełączania dobroci oraz wybrane procedury optymalizacyjne.

Cechą charakterystyczną ośrodków quasi-III-poziomowych (QTP) jest występowanie strat reabsorpcyjnych spowodowanych częściowym obsadzeniem dolnego poziomu laserowego. Mechanizmy wzbudzania / pompowania/ takich ośrodków mogą być różnorodne. Najprostsza sytuacja ma miejsce w przypadku diodowo pompowanych laserów iterbowych, w których następuje *bezpośrednie pompowanie* na górny poziom laserowy. Podobny schemat obowiązuje także dla laserów erbowych generujących na 1.6 µm pompowanych rezonansowo wiązkami laserowymi na długości fali 1.5 µm (r. 3.4) oraz laserów holmowych pompowanych na górny poziom laserowy wiązkami laserowymi na długości fali 1.9 µm (r. 3.5). Bardziej złożona sytuacja ma miejsce w przypadku *pośredniego pompowania* w pasmo absorpcji znacznie oddalone od pasma generacji (np. dla ośrodka Tm:YLF (r.3.6) (patrz rys. 3.3.1).



Rys. 3.3.1 Schemat pompowania pośredniego

Naszym celem było znalezienia prostego opisu pompowania i generacji w reżimie skokowego przełączania strat w laserze na ośrodku QTP o pośrednim mechanizmie pompowania. Wyprowadzone zależności można zastosować po nieznacznej modyfikacji także do przypadku pompowania bezpośredniego. W opracowanym modelu uwzględniono efekty niestacjonarnego reżimu pompowania, zubożenia dolnego poziomu i nieliniowej rekombinacji (typu up-konwersji lub ASE) zachodzących w pewnych ośrodkach (np. domieszkowanych Tm lub Ho) już dla niezbyt wysokich poziomów obsadzeń górnego poziomu.

Dla opisania procesu pompowania wyprowadzono uśrednione równanie kinetyczne opisujące dynamikę wzrostu uśrednionego wzdłuż pręta unormowanego obsadzenia górnego poziomu, które rozwiązano stosując oryginalny model pół-analityczny [A43]. Dla dostatecznie długich czasów pompowania przy zadanych parametrach pompowania i ośrodka uzyskujemy quasi-stacjonarne obsadzenie 2. poziomu dla którego to znaleziono rozwiązanie analityczne na inwersję quasi-stacjonarną. Można dzięki temu oszacować czas pompowania potrzebny do uzyskania quasi-stacjonarnego obsadzenia 2. poziomu (patrz rys. 3.3.2, 3.3.3).



Rys. 3.3.2. Obsadzenie górnego poziomu w funkcji czasu pompowania dla różnych  $i_{p0}$ = 1, 2, 4;  $\kappa$ =0,  $a_0$  = 2

Rys. 3.3.3. Obsadzenie górnego poziomu w funkcji czasu pompowania dla różnych  $i_{p0}$ = 1, 2, 4,  $\kappa$ =10,  $a_0$  = 2,

Jak widać w każdym z analizowanych przypadków rozwiązanie niestacjonarne dąży do wartości stacjonarnej określonej z rozwiązania analitycznego. W kolejnym kroku opracowano analityczny model generacji lasera QTP w reżimie przełączania dobroci, stanowiący pewne rozszerzenie ogólnie znanych modeli literaturowych.

W przypadku generacji z okresowym pompowaniem, parametry generacji impulsowej zależą od okresu pompowania oraz początkowego obsadzenia na początku okresu pompowania, które powinno być równe końcowemu obsadzeniu po generacji impulsu. Stąd konieczność zastosowania procedury iteracyjnej dla uzgodnienia tych parametrów. Do optymalizacji lasera z okresowym pompowaniem opracowano specjalną procedurę numeryczną, uwzględniającą skończony czas pompowania oraz efekty nieliniowej rekombinacji. W przypadku inwersji quasi-stacjonarnej opracowano nową, oryginalną procedurę optymalizacji wykraczającą istotnie poza klasyczną metodę Degnana.

### 3.3.1. Optymalizacja energii wyjściowej lasera QTP

Na wstępie zaznaczmy, że celem optymalizacji jest uzyskanie maksymalnej gęstości energii wyjściowej dla zadanej gęstości mocy pompowania. Dla porównania opracowano niejako "po drodze" procedurę optymalizacji lasera QTP pracującego w reżimie CW, co także jest oryginalnym osiągnięciem naukowym, nie opisanym do tej pory w literaturze. Procedura ta umożliwia określenie optymalnej absorbancji - gęstości optycznej ośrodka (tj. optymalnej długości dla zadanego współczynnika absorpcji) oraz strat wyjściowych dla zadanych parametrów pompowania, parametrów materiałowych ośrodka oraz strat pasywnych rezonatora.

Jako punkt wyjścia w procedurze optymalizacji generacji impulsowej przyjęto rozszerzoną na przypadek lasera QTP metodę Degnana. Puntem wyjścia w tej metodzie jest znajomość wzmocnienia początkowego. W naszym przypadku celem optymalizacji było znalezienie takich warunków dla których uzyskujemy maksymalną energię wyjściową z lasera dla zadanych parametrów pompowania. Zadanie to rozwiązano stosując metodę mnożników Lagrange'a. W ogólnym przypadku dla ośrodka QTP o nie pomijalnej rekombinacji nieliniowej, zadanie sprowadza się do rozwiązania pewnego równanie przestępnego na optymalną inwersję quasi-stacjonarną. Znając jej wartość możemy obliczyć optymalną długość ośrodka, wzmocnienie początkowe oraz optymalne straty transmisyjne. W szczególnym przypadku ośrodka o pomijalnej rekombinacji kwadratowej (za taki do tej pory uważano Yb:YAG) otrzymujemy *explicte* wzory na optymalne parametry lasera QTP dla których uzyskujemy maksymalną wartość gęstość energii wyjściowej dla zadanej prędkości pompowania.

Zwróćmy uwagę, że optymalizacja w tym przypadku jest dwu – stopniowa. Maksymalizacja wzmocnienia początkowego realizowana jest w okresie pompowania, nie jest tu potrzebna znajomość strat pasywnych i wyjściowych lasera. W drugim kroku dla optymalnej długości ośrodka czynnego dobieramy optymalne zwierciadło wyjściowe dla określonych strat pasywnych. Natomiast w przypadku optymalizacji w reżimie generacji CW, obie zmienne są ze sobą związane, ze względu na to, że suma strat wyjściowych i pasywnych wpływa na próg a tym samym obsadzenie początkowe, sprawność absorpcyjną, gęstość mocy progowej od których zależy optymalna długość ośrodka. Fizycznie oznacza to, że poziom strat rezonatorowych determinuje strumień wewnętrzny promieniowania laserowego a tym samym wpływa na wszystkie pozostałe parametry.

Pozostaje otwarte pytanie, czy optymalizacja ze względu na gęstość mocy lub energii odpowiada także optymalizacji parametrów całkowych (mocy lub energii). Najpierw należy poczynić wstępną uwagę odnośnie poziomu gęstości mocy pompy. Obie procedury są poprawne w tym zakresie gęstości mocy pompy dla którego nie narastają dodatkowe straty rezonatorowe spowodowane efektami termo-optycznymi lub aperturowymi. Ponadto wzmocnienie mało – sygnałowe powinno być poniżej progu wzmocnionej emisji spontanicznej ASE.

O ile oba ww. zjawiska nie zachodzą, możemy rozważyć dwa skrajne przypadki:

- a/ Pompowanie wiązkami spójnymi poprzecznie ( $M_p^2 \sim 1$ , generowanymi np. przez lasery włóknowe) których zasięgi Rayleigha są znacznie większe od długości ośrodka. Wtedy zmiana długości ośrodka czynnego ma pomijalny wpływ na średnią powierzchnię pompy. W tym przypadku możemy przenieść wyniki optymalizacji gęstości mocy lub energii na moc lub energię mnożąc po prostu przez wspólną powierzchnię modu laserowego i pompy. Próba doprowadzenia do optymalnej powierzchni pompy jest często niecelowa ze względu na pojawienie się efektów nieliniowych: termo-optycznych i ASE. Zmniejszanie powierzchni pompy jest jednak celowe, ponieważ sprawność generacji lasera QTP prawie zawsze rośnie ze wzrostem gęstości mocy pompy.
- b/ Pompowanie wiązkami wielodomowymi typowymi dla diod z wyjściem światłowodowym  $(M_p^2 >> 1)$ . W tym przypadku procedura optymalizacji parametrów gęstościowych nie prowadzi bezpośrednio do optymalizacji parametrów całkowych. Należy we wstępnym kroku zminimalizować powierzchnię pompy dla danej długości ośrodka, następnie po obliczeniu gęstości mocy pompy, określić optymalne warunki dla danego reżimu. Uzyskana stąd optymalna długość ośrodka powinna zostać ponownie wprowadzona do optymalizacji powierzchni pompy, określona nowa zmodyfikowana gęstość mocy pompy i skorygowane parametry optymalizacyjne.

Nie mniej, wydają się poprawne następujące wnioski lub wskazówki. O ile nie przekraczamy progu dodatkowych efektów nieliniowych (ASE, termo-optyka) zwiększanie gęstości mocy pompy powinno z reguły prowadzić do wzrostu sprawności w obu rodzajach generacji. Parametry dostępnych współcześnie źródeł pompujących wystarczają do przekroczenia progu zjawisk nieliniowych, stąd w praktyce rzadko możemy zdecydować się na minimalizację powierzchni wiązki pompującej. Z drugiej strony moc / energia progowa jest wprost proporcjonalna do powierzchni wiązki pompującej, tak więc w praktyce mamy z reguły do czynienia z pewnym kompromisem pomiędzy wymogami sprawnościowymi a dodatkowymi ograniczeniami fizycznymi lub technicznymi procesu pompowania. Należy podkreślić, że przedstawione modele obowiązują dla pomijalnych aperturowych strat reabsorpcyjnych. Oznacza to w praktyce, że przy każdej zmianie powierzchni pompy (np. poprzez zmianę powiększenia układu optycznego, zmianę długości lub domieszki ośrodka czynnego) należy zmodyfikować geometrię rezonatora tak by dopasować powierzchnię modu laserowego do powierzchni pompy.

Przedstawione modele (w szczególności model optymalizacji CW) mogą zostać zastosowane także do optymalizacji laserów na ośrodkach typu *"crystal rod-fiber"* czy też *"double-clad fiber"*. W tym przypadku powierzchnia pompy narzucona jest przez geometrię zewnętrznego płaszcza, zaś współczynnik absorpcji należy odpowiednio zmodyfikować mnożąc przez czynnik geometryczny.

Model generacji CW lasera QTP jest bardziej ogólny i może być zastosowany także do dużych strat wyjściowych typowych dla laserów włóknowych, o ile zastosujemy zmodyfikowany wzór na gęstość mocy progowej. Zakres zastosowania modelu impulsowego jest ograniczony dla niedużych wartości strat zewnętrznych ze względu na przybliżony model ekstrakcji energii i ograniczenia uśrednienia strumieni wzdłuż ośrodka. Stąd zastosowanie ww. modelu do opisu impulsowego lasera włóknowego QTP pracującego w reżimie skokowego przełączania strat należy traktować jako pierwsze przybliżenie.

Niezależnym parametrem optymalizacji w obu reżimach pracy (CW i Qsw) jest <u>absorbancja</u> - gęstość optyczna ośrodka tj. iloczyn współczynnika absorpcji i długości ośrodka). Jej optymalna wartość zależy od gęstości mocy pompy oraz parametru rekombinacji nieliniowej *k*. Warto prześledzić jak zmienia się ten parametr (a więc długość ośrodka czynnego) w funkcji względnej gęstości mocy pompy (patrz rys. 3.3.4). dla różnych parametrów *k*.



**Relative Pump Rate** 

Rys. 3.3.4. Optymalna absorbancja w funkcji prędkości pompowania dla różnych parametrów k (k=0 – kolor czerwony, k=8 – kolor niebieski) oraz dwóch reżimów pracy CW – krzywe przerywane , Q-switch- krzywe ciągłe.

Jak widać różnica między optymalną absorbancją dla obu reżimów CW i Q-switch rośnie ze wzrostem prędkości pompowania. Stąd wniosek, że ośrodek czynny lasera QTP zoptymalizowany dla reżimu cw nie jest optymalny dla generacji w reżimie przełączania dobroci dla quasi-stacjonarnej inwersji. Z reguły długość ośrodka powinna być większa, ze względu na większą efektywną inwersję i mniejszą sprawność absorpcyjną. Innymi słowy ośrodek czynny lasera impulsowego jest bardziej *"prześwietlony"* i dlatego powinien być dłuższy. Optymalna długość ośrodka maleje ze wzrostem parametru *k* ; w obliczeniach przyjęto dla ustalenia uwagi parametr k = 8 co odpowiada wg danych literaturowych typowej wartości względnego parametru up-konwersji dla kryształu Tm:YLF domieszkowanego na poziomie 2 - 3%.

Energia wyjściowa generacji impulsowej istotnie zależy od optymalnej absorbancji i parametru k. Zależności te zobrazowano na rys. 3.3.5-6. Dla pomijalnego k (rys. 3.3.5) względna tolerancja na zmianę absorbancji jest większa tj. ośrodek czynny może być dłuższy. Natomiast w przypadku dużego k dobór długości ośrodka czynnego staje się krytyczny. Dość podobna zależność jest obserwowana także w przypadku generacji CW, jednakże efekt jest mniej widoczny ze względu na znacznie mniejsze inwersje.



Rys. 3.3.5. Energia wyjściowa w funkcji absorbancji dla różnych gęstości mocy pompy; przypadek bez up-konwersji (κ=0)

Rys. 3.3.6. Energia wyjściowa w funkcji absorbancji dla różnych gęstości mocy pompy; przypadek up-konwersji (κ=8)

10

Podsumowując, optymalizacja lasera QTP w reżimie Q-switch dla inwersji quasi-stacjonarnej dla zadanej mocy pompy polegać powinna na:

- i/ Określeniu minimalnej powierzchni pompy i stąd maksymalnej gęstości mocy pompy definiującej przekroczenie progowe
- ii/ Określeniu optymalnych strat wyjściowych dla zadanego przekroczenia progowego
- iii/ Znalezieniu optymalnej absorbancji (tj. długości ośrodka) dla której uzyskujemy maksimum energii wyjściowej (jako iloczynu zależnej od absorbancji powierzchni pompy i maksymalnej gęstości mocy określonej dla zadanego przekroczenia progowego.

### 3.3.2. Analiza temperaturowa lasera Yb:YAG

Opracowane modele lasera QTP w zasadzie umożliwiają uproszczoną analizę temperaturową. Próby bezpośredniego wprowadzenia do nich temperatury mogą prowadzić do dyskusyjnych bądź ewidentnie błędnych i sprzecznych z eksperymentem rezultatów. Wynika to przede wszystkim z niejednoznaczności określenia zależności temperaturowych przekrojów czynnych absorpcyjnego  $\sigma_p$  i emisyjnego  $\sigma_l$ . Modele sformułowane są w wielkościach względnych intensywności normowanych do gęstości mocy nasycenia absorpcji i generacji. Przekroje  $\sigma_p$ ,  $\sigma_l$ , bezpośrednio wykorzystane także do określenia współczynników absorpcji i wzmocnienia, mogą być określone z modelu teoretycznego lub empirycznie, co prowadzi do niejednoznaczności. Ponadto w modelach nie uwzględnione są dodatkowe efekty temperaturowe.

Najogólniej efekty temperaturowe w laserze QTP wynikają z:

- równowagowych zmian obsadzenia poziomów energetycznych i wynikających z nich funkcji obsadzeń,
- materiałowych zmian własności ośrodka określonych empirycznie w funkcji temperatury  $\sigma_p(T)$ ,  $\sigma_1(T)$  oraz  $\tau(T)$ ,  $\alpha_{lin}(T)$ , K(T), E(T), dn/dT(T),
- związanego z absorpcją pompy wzrostu średniej temperatury oraz niejednorodności jego rozkładu,
- dodatkowych efektów związanych z pojawieniem się zależnych od temperatury dodatkowych, poprzecznych i wzdłużnych strat reabsorpcyjnych oraz fazowych strat dyfrakcyjnych,
- dodatkowych efektów technicznych związanych z geometrią i konstrukcją mechaniczną rezonatora.

Motywacją do podjęcia tej tematyki jest z jednej strony próba odpowiedzi na istotne z praktycznego punktu widzenia pytania odnośnie dopuszczalnych temperatur pracy takiego lasera. Z drugiej strony zamierzamy zbadać, dla szczególnego przypadku lasera Yb:YAG, czy parametry zoptymalizowane dla jednej temperatury wymagają istotnych korekt przy zmianie temperatury.

Nasza analiza ograniczona będzie do kryształu Yb:YAG, dla którego podstawowe parametry ośrodka mają dobrze określone eksperymentalnie zależności temperaturowe. Panuje opinia, że wydajna generacja dla tego ośrodka wymaga chłodzenia do temperatur kriogenicznych (~100 K). Jedynie architektura lasera *"thin-disk"* w której mamy praktycznie jednorodny wzdłuż z-ów profil inwersji (ale nie profil temperatury ze względu na asymetrię kontaktów cieplnych) umożliwia wydajną pracę w temperaturach pokojowych, co nie oznacza braku konieczności kompensacji zjawisk termo-optycznych dla dużych mocy pompowania również w tym przypadku.

Jako punkt wyjścia przyjęto empirycznie określone zależności temperaturowe przekrojów  $\sigma_{p}(T)$ ,  $\sigma_{I}(T)$  (patrz rys. 3.3.7) oraz obliczone teoretycznie funkcje obsadzeni  $\beta_{I}$  i  $\gamma_{I}$  (patrz rys. 3.3.8).





Rys. 3.3.7. Empiryczne zależności względnych przekrojów absorpcyjnego – krzywa niebieska, emisyjnego krzywa czerwona od temperatury

Rys. 3.3.8. Zależności temperaturowe  $\gamma_p(T)$  – kolor niebieski,  $\gamma_l(T)$  – kolor czerwony  $\beta_l(T)$  – kolor czarny przerywany obliczone dla Yb:YAG

Na wstępie przeanalizujmy wpływ temperatury na parametry generacji CW (Rys. 3.3.9, Rys. 3.3.10) dla lasera Yb:YAG w którym zastosowano trzy różne długości ośrodka czynnego oraz przyjęto te same straty.

15



Temperature [K]

Rys. 3.3.9. Moc progowa generacji w funkcji temperatury dla  $R_{OC}$ =0.82,  $\delta_{pas}$ =0.05,  $w_p$ =0.2 mm,  $I_0$ =0.1 cm - krzywa czerwona  $I_0$ =0.2 cm - krzywa niebieska,  $I_0$ =0.4 cm - krzywa czarna

Rys. 3.3.10. Moc wyjściowa dla mocy pompy P=20 W w funkcji temperatury dla  $R_{oc}$ =0.82,  $\delta_{pas}$ =0.05,  $w_p$ =0.2 mm,  $w_{las}$ =0.2 mm,  $l_0$ =0.1 cm krzywa czerwona,  $l_0$ =0.2 cm - krzywa niebieska optymalna długość ośrodka,  $l_0$ =0.4 cm - krzywa czarna

W kolejnym kroku zastosowano opisaną wcześniej procedurę optymalizacji i sprawdzono jak zmieniają się w funkcji temperatury parametry optymalne w przypadku generacji cw (patrz rys. 3.3.11) i impulsowej (patrz rys. 3.3.12).



Rys. 3.3.11. Zależności temperaturowe dla mocy pompy P = 50W: mocy wyjściowej dla optymalnego przypadku (krzywa niebieska), stałej długości i strat wyjściowych  $x_{oc}$ =0.6,  $I_0$ =0.46 cm– krzywa czerwona, optymalne wartości współczynnika odbicia (krzywa kropkowana czarna) oraz długości ośrodka (krzywa różowa przerywana) dla w<sub>p</sub>=0.2 mm,  $\delta_{pas}$ =0.05.



Rys. 3.3.12. Zależności temperaturowe: energii wyjściowej dla optymalnego przypadku (krzywa niebieska), stałej długości i strat wyjściowych  $x_{oc}$ =0.95,  $l_0$ =0.54 cm– krzywa czerwona, optymalne wartości współczynnika odbicia (krzywa kropkowana czarna) oraz długości ośrodka (krzywa różowa przerywana) dla energii pompy E<sub>0</sub>= 47 mJ,  $w_p$ =0.2mm,  $\delta_{pas}$ =0.05.

Na kolejnym rys. 3.3.13. pokazano (podobnie jaki na rys.3.3.4. ) wpływ temperatury na optymalną długość ośrodka dla obu reżimów pracy lasera Yb:YAG



Rys. 3.3.13. Optymalna długość ośrodka w funkcji mocy pompy dla dwóch temperatur (*T*=100K - kolor niebieski, *T*=300K – kolor czerwony), oraz reżimu CW (krzywe przerywane), oraz generacji Q-switch (krzywe ciągłe).

Ze wzrostem temperatury rośnie efekt prześwietlenia ośrodka i rola reabsorpcji ze względu na wzrost parametru  $\beta_i$ . W obu reżimach pracy zmiana temperatury wpływa na optymalną długość ośrodka oraz optymalne straty wyjściowe. Dla nieco większych mocy pompy ( > 25 W) rośnie różnica między optymalną długością pręta dla generacji Q-switch i CW. Gdy obniżamy temperaturę lasera wzrasta optymalna długość ośrodka czynnego. Również z mocą pompy w obu przypadkach (ale w szczególności w generacji impulsowej) wzrasta optymalna długość ośrodka ze względu na większe prześwietlenie ośrodka.

Model generacji impulsowej oraz procedura optymalizacji dotyczy pompowania quasistacjonarnego (o czasie trwania pompy odpowiadającym w przybliżeniu czasowi życia ośrodka; około 1 ms w naszym przypadku) a więc odpowiada również na pytanie jaką maksymalną energię możemy uzyskać z ośrodka dla danej mocy pompy i temperatury. Pominięto tu narastanie temperatury wewnątrz ośrodka na skutek wydzielenia się ciepła, stąd model ten dobrze odpowiada pompowaniu quasi-cw z małym współczynnikiem wypełnienia. Model CW może stanowić dobre przybliżenia dla generacji impulsowej z dużą repetycją.

# 3.4. Badanie generacji lasera hybrydowego Er:YAG

### 3.4.1. Koncepcja lasera hybrydowego Er:YAG

W laserach hybrydowych Er: YAG jako ośrodek aktywny lasera objętościowego wykorzystywany Er<sup>3+</sup>. domieszkowany ionami Koncentracia Er<sup>3+</sup> kryształ YAG-u domieszki iest w osnowie jest rzędu 0.25 – 2 % at.(duże koncentracje nawet powyżej 50% at. stosowane są przy generacji na długości fali 2.94 µm). Do pompowania tego lasera wykorzystywany jest laser włóknowy zbudowany na bazie światłowodu dwupłaszczowego z rdzeniem szklanym domieszkowanym jonami Er<sup>3+</sup> i Yb<sup>3+</sup> generujący na długości fali 1.532 µm (jony Yb spełniają rolę sensybilizatora). Schemat poziomów energetycznych lasera Er:YAG pompowanego laserem włóknowym Er,Yb:szkło przedstawiony jest na rys. 3.4.1.

Konwencjonalne lasery na bazie kryształu Er:YAG charakteryzującego się małą koncentracją jonów Er<sup>3+</sup> nie znalazły jak dotąd zastosowania głównie ze względu na małą sprawność jak również generację wiązki laserowej o złej jakości. W diodowo pobudzanym laserze promieniowanie wyjściowe jest generowane przez laser bezpośrednio pompowany promieniowaniem diod laserowych. W takim generatorze ze względu na duży defekt kwantowy  $\eta(0.975 \rightarrow 1.645) = 1 - \frac{\lambda_p}{\lambda_g} = 1 - \frac{0.975 \mu m}{1.645 \mu m} = 40\%$  wydziela się ciepło, które indukuje naprężenia i

deformacje ośrodka laserowego, które z kolei są źródłem dwójłomności i aberracji termicznych. Laser taki może generować wiązki o dobrej jakości optycznej tylko w przypadku stosunkowo małej energii generacji. Problem ten można rozwiązać właśnie w laserze hybrydowym stosując pośredni laser włóknowy, w którym wydzielana jest główna ilość ciepła wynikająca ze strat stokesowskich ( $\eta(0.975 \rightarrow 1.532) = 36.5\%$ ).



Rys. 3.4.1. Schemat poziomów energetycznych lasera Er:YAG pompowanego laserem włóknowym Er, Yb:szkło

W laserze hybrydowym Er:YAG, laser włóknowy Er,Yb:szkło wykorzystywany jest jako konwerter znacznych mocy pompy diodowej na promieniowanie o długości fali pokrywającej się z pasmem pompowania lasera objętościowego Er:YAG, charakteryzując się jednocześnie znakomitą jakością wiązki ( $M^2$  bliskie 1). Dzięki takiemu rozwiązaniu uzyskuje się łatwość pompowania wzdłużnego lasera objętościowego Er:YAG oraz minimalizację defektu kwantowego do 7% ( $\eta(1.532 \rightarrow 1.645) = 7\%$ ), a więc zmniejszenie efektów termo-optycznych i możliwość generacji lasera nawet w reżimie generacji ciągłej. Bez tego rozwiązania ze względu na quasi trójpoziomowość akcji laserowej w laserze Er:YAG oraz występowanie różnych zjawisk termo-optycznych praca laserów objętościowych Er:YAG w reżimie generacji ciągłej była niemożliwa. Ponadto z uwagi na słabe efekty termiczne oraz spójność przestrzenną wiązki pompującej laser objętościowy może generować z dużą

sprawnością wiązki światła o doskonałej jakości optycznej i bardzo dużej mocy średniej. Większość ciepła w laserze hybrydowym generowana jest we włóknie, którego konstrukcja (duży stosunek powierzchni do objętości obszaru generacji) powoduje znaczne obniżenie efektów termo-optycznych. Zastosowanie lasera włóknowego do pompowania lasera objętościowego umożliwia uzyskiwanie wysokich gęstości mocy pompowania w całej objętości ośrodka laserowego, co jest szczególnie istotne w przypadku wydajnej generacji w ośrodkach quasi trzypoziomowych. Biorąc pod uwagę bardzo szybki rozwój technologii laserowych wydaje się, że docelowo lasery hybrydowe będą technicznie zbudowane tak jak lasery Nd:YAG pompowane diodami z wyjściem światłowodowym i będą miały podobne gabaryty.

### 3.4.2. Badania spektroskopowe ośrodka Er:YAG

Do realizacji projektu zakupiono kryształ Er:YAG w firmie VLOC AG Technology o następujących parametrach:

- koncentracja jonów Er<sup>3+</sup> 0.25% at.
- średnica elementu aktywnego 3 mm
- długość elementu aktywnego 40 mm
- brak warstw antyrefleksyjnych na czołach.

Zmierzone widmo absorpcji pręta Er:YAG wykorzystano do wyznaczenia widma luminescencji (rys. 3.4.2), a następnie do wyznaczenia współczynnika wzmocnienia (rys. 3.4.3) badanego kryształu w funkcji stopnia wzbudzenia  $\beta$ . Parametr  $\beta$  określa procentowy udział wzbudzonych jonów Er na górny poziom laserowy do całkowitej ich koncentracji *N*. Do pompowania laserów Er:YAG wykorzystywany jest laser włóknowy generujący na długości fali 1532 nm, ze względu na silną linię absorpcyjną w tym zakresie widma. Maksimum tej linii dla 1532.4 nm pokrywa się z długością fali generacji lasera włóknowego Er:szkło wykorzystywanego w badaniach. Pasmo absorpcyjne poniżej 1500 nm z maksimum około 1470 nm, ze względu na dużo większą szerokość może być wykorzystane do pompowania diodami laserowymi.





Rys. 3.4.2. Widma współczynnika absorpcji i współczynnika wzmocnienia kryształu Er:YAG



β Pokrycia antyrefleksyjne zarówno dla promieniowania pompującego 1532 nm jak i generowanego 1645 nm na czołach zakupionego pręta Er:YAG wykonano w pracowni cienkich warstw IOE. W ramach projektu zaprojektowano i wykonano głowicę z miedzi, w której zamocowano

pręt laserowy. Kontakt cieplny pobocznicy pręta z głowicą zapewniono przez owinięcie pręta folią indową i odpowiednie spasowanie tych dwóch elementów. Temperaturę cieczy chłodzącej zmieniano w zakresie 10 – 40 °C za pomocą układu chłodzącego ze stabilizacją temperatury do 0.1 °C. Do badań parametrów kryształu Er:YAG jako źródło promieniowania pompującego wykorzystany został laser włóknowy emitujący do 10 W mocy na długości fali 1532.5 nm (z szerokością widma

około 0.35 nm). Wyjście lasera zakończone było kolimatorem. Wiązka promieniowania emitowana z jego apertury charakteryzowała się średnicą równą 1.1 mm i parametrem M<sup>2</sup><1.1.

Badania czasu życia górnego poziomu laserowego wykonano dla kryształu Er:YAG ( $\phi$ 3 x 40 mm, domieszka 0.25% at.). W trakcie badań sygnał emisji spontanicznej ośrodka aktywnego rejestrowano z wykorzystaniem fotodiody InGaAs (818-IR) i oscyloskopu Tektronix DPO4032. W trakcie pomiarów pobudzano ośrodek aktywny, a następnie analizowano część sygnału na zboczu opadającym (tj. gdy promieniowanie pompujące zostało wyłączone) (rys. 3.4.4)



Rys. 3.4.4. Przykładowy oscylogram sygnału zanikającej emisji spontanicznej

Rys. 3.4.5. Logarytm intensywności sygnału emisji spontanicznej w funkcji czasu dla różnych wartości czasu trwania impulsu pompującego i dla względnej mocy promieniowania pompującego P<sub>p</sub>=100%.

Pomiarów czasów zaniku luminescencji dokonano dla impulsowego pobudzania ośrodka czynnego sygnałami o następujących parametrach czasowo-energetycznych:

- a)  $f_{rep}=10$  Hz,  $t_p=10$  ms i  $P_p \in (30\%; 40\%, 50\%, 60\%, 70\%, 80\%, 90\%, 100\%)$  (patrz rys. 3.4.5)
- b)  $f_{rep}$ =10Hz, P<sub>p</sub>=100% i t<sub>p</sub>  $\in$  (1 ms; 2,5 ms; 5 ms; 10 ms) (patrz rys. 3.4.6)

Jak pokazano na rys. 3.4.5 zależność ln(I) = f(t) jest w bardzo dobrym przybliżeniu liniowa, zaś współczynnik kierunkowy w niewielkim stopniu zmienia się w funkcji parametrów sygnału pompującego. Na podstawie otrzymanych charakterystyk czas życia górnego poziomu laserowego kryształu Er:YAG oszacowano na poziomie około 7,5 ms. Na podstawie uzyskanych wyników pomiarów można jednoznacznie stwierdzić, że zmiana parametrów impulsów wzbudzających ośrodek czynny nie miała wpływu na czas życia górnego poziomu laserowego.

### 3.4.3. Badania lasera Er:YAG

Głównym etapem realizowanego projektu było zbudowanie laboratoryjnego modelu lasera Er:YAG pompowanego wzdłużnie wiązką lasera włóknowego. Ze względu na fakt, iż opracowywany model lasera miał znaleźć swoją aplikację przede wszystkim jako nadajnik dalmierza laserowego postawiono wymaganie, aby jego konstrukcja była możliwie najbardziej kompaktowa. Na rys. 3.4.7 przedstawiono schemat optyczny projektowanego hybrydowego lasera Er:YAG. Według zaproponowanej koncepcji skolimowana wiązka promieniowania pompującego generowanego przez włóknowy laser erbowy przy pomocy soczewki skupiającej (UO) ogniskowana jest w umieszczonym wewnątrz rezonatora ośrodku aktywnym. W przedstawionej konstrukcji uwzględniono wewnątrz wnęki rezonansowej miejsce na akustooptyczny modulator dobroci, niezbędny do pracy lasera w reżimie Q - switchingu.



Rys. 3.4.6. Schemat optyczny hybrydowego lasera Er:YAG: Zp – zwierciadło całkowicie odbijające dla promieniowania o  $\lambda$ =1645 nm i maksymalnej transmisji dla promieniowania o długości fali  $\lambda$ =1532 nm, Zwy – zwierciadło wyjściowe lasera, UO – układ optyczny formujący kaustykę wiązki pompującej, AO – modulator akustooptyczny (w wersji lasera hybrydowego z modulacją dobroci).

Głównymi zadaniami postawionymi w trakcie konstruowania układu optycznego lasera w oparciu o powyższy schemat było zaprojektowanie rezonatora oraz układu kształtowania wiązki pompującej.



Rys. 3.4.7. Moc promieniowania pompującego w funkcji promieniowania padającego na ośrodek aktywny dla różnych temperatur cieczy chłodzącej kryształ Er:YAG.

W pracy zmierzono charakterystyki mocy promieniowania generowanego przez laser w funkcji mocy promieniowania pompującego padającego na czoło ośrodka aktywnego dla temperatur cieczy chłodzącej równych: 10, 15, 25, 30, 35 i 40 °C. Rodzinę uzyskanych charakterystyk przedstawia rys. 3.4.7. Na podstawie wyników przeprowadzonych pomiarów zaobserwowano, że wraz ze wzrostem temperatury cieczy chłodzącej ośrodek aktywny z 10 do 40 °C różniczkowa sprawność generacji lasera zmalała z 35% do 25% (w odniesieniu do mocy promieniowania pompy padającej na czoło ośrodka aktywnego). Zmiana temperatury cieczy chłodzącej kryształ Er:YAG miała również negatywny wpływ na moc progową generacji lasera. Zaobserwowano bowiem, że moc progowa generacji w temperaturze 40 °C była 30% wyższa niż moc progowa generacji lasera w sytuacji gdy ośrodek aktywny chłodzony był cieczą o temperaturze 10°C. Obniżenie różniczkowej sprawności generacji lasera Er:YAG w podwyższonych temperaturach związane jest ze zwiększeniem obsadzenia dolnego poziomu laserowego kryształu Er:YAG oraz z maleniem jego emisyjnych i absorpcyjnych przekrojów czynnych. Jest to istotna wada laserów zbudowanych w oparciu o quasi-trójpoziomowe ośrodki aktywne. Dalsze badania wykonano dla temperatury cieczy chłodzącej 15 °C.

Charakterystyki sprawności absorpcyjnej kryształu Er:YAG przedstawione są na rys. 3.4.8. Zgodnie z zaprezentowanymi wynikami dla minimalnej mocy promieniowania pompującego padającego na czoło kryształu, tj. dla mocy równej około 1,2 W sprawność absorpcyjna kryształu wyniosła ~70 %. Wraz ze zwiększaniem mocy promieniowania pompy obserwowano spadek sprawności absorpcyjnej. Dla promieniowania pompującego padającego na czoło kryształu o mocy równej ~ 8W jego sprawność absorpcyjna wyniosła 56%. Okazuje się, że gdy jedynym mechanizmem
depopulującym poziom wzbudzony quasi – trójpoziomowego ośrodka aktywnego jest relaksacja spontaniczna, to wraz ze wzrostem mocy pompującej rośnie szybkość przejść absorpcyjnych i jest ona wyższa niż szybkość przejść emisyjnych. W związku z tym dochodzi do sytuacji kiedy na dolnym poziomie laserowym przebywa mniejsza ilość jonów, które mogłyby być wzbudzone co w rezultacie skutkuje wyższą "przeźroczystością" ośrodka aktywnego dla promieniowania pompy. Mówiąc w skrócie absorpcja ośrodka aktywnego się wysyca.



Rys. 3.4.8. Sprawność absorpcyjna kryształu Er:YAG w funkcji mocy promieniowania pompującego padającego na jego czoło.

Zgodnie z charakterystykami przedstawionymi na rys. 3.4.8 sprawność absorpcyjna kryształu aktywnego mierzona w trakcie generacji CW lasera zachowywała się odwrotnie niż w przypadku bez akcji laserowej. Zaobserwowano bowiem wzrost sprawności absorpcyjnej kryształu Er:YAG wraz ze wzrostem mocy padającego na jego czoło promieniowania pobudzającego. Dla układu ze zwierciadłem Z<sub>wyj</sub> charakteryzującym się współczynnikiem odbicia dla promieniowania generowanego równym 0.95, kryształ aktywny charakteryzował się najwyższą absorpcją 90% dla promieniowania pompy o mocy ~ 8 W.



Rys. 3.4.9. Charakterystyka mocy wyjściowej lasera Er:YAG w funkcji mocy promieniowania pobudzającego ośrodek aktywny dla zwierciadeł wyjściowych o współczynnikach odbicia na długości fali 1645 nm równych:0.80, 0.85, 0.90, 0.95.

Takie zachowanie ośrodka aktywnego można wyjaśnić tym, że wraz ze zwiększeniem współczynnika odbicia zwierciadła Z<sub>wyj</sub> dla promieniowania generowanego wewnątrz rezonatora

krążyło promieniowanie o wyższej intensywności. Wiązało się to ze zwiększeniem szybkości przejść emisyjnych, a tym samym ze zwiększeniem ilości jonów erbu będących w stanie podstawowym. Charakterystyki mocy wyjściowej lasera Er:YAG w funkcji mocy promieniowania pobudzającego ośrodek aktywny przedstawiono na rys. 3.4.9.

Na podstawie zaprezentowanych wyników można stwierdzić, że optymalne sprzężenie lasera realizuje zwierciadło wyjściowe charakteryzujące się współczynnikiem odbicia na długości fali 1645 nm równym 0.85. Dla tego zwierciadła badany model laboratoryjny lasera Er:YAG charakteryzował się najwyższą sprawnością różniczkową (odniesioną do mocy promieniowania pobudzającego padającego na czoło ośrodka aktywnego) równą 55%, mocą progową równą 2,8 W, oraz maksymalną mocą promieniowania generowanego równą około 3 W. Istotnym faktem jest to, że optymalna wartość współczynnika odbicia zwierciadła wyjściowego dla promieniowania o długości fali równej 1645 nm wyznaczona drogą eksperymentalną nieznacznie się różniła od wartości wyznaczonej z wykorzystaniem modelu teoretycznego. Dodatkowo wyznaczone teoretycznie wartości sprawności różniczkowej oraz mocy progowej również potwierdziły wyniki pomiaru charakterystyk laboratoryjnego modelu lasera Er:YAG. Fakt ten może potwierdzać poprawność opracowanego w pracy modelu oraz może świadczyć o jego przydatności do projektowania laserów Er:YAG o żądanych parametrach.

W celu uzyskania generacji impulsowej do modelu laboratoryjnego lasera Er:YAG generującego w sposób ciągły za ośrodkiem aktywnym, a przed zwierciadłem wyjściowym wstawiono akustooptyczny modulator dobroci (rys. 3.4.7). Zastosowana komórka akustooptyczna sterowana była sygnałem RF o mocy 20 W, a jej czoła pokryte były warstwami antyrefleksyjnymi dla promieniowania o długości fali 1645 nm. Zmierzone charakterystyki przedstawiono na rys. 3.4.11 i rys. 3.4.12. Zgodnie z uzyskanymi charakterystykami bez względu na wartość częstotliwości powtarzania impulsów zaobserwowano, że wraz ze wzrostem mocy promieniowania pobudzającego ośrodek aktywny rosła energia generowanych impulsów oraz skracał się czas ich trwania, co w rezultacie przekładało się na wzrost mocy szczytowej generowanego promieniowania. Dla maksymalnej mocy promieniowania pompy można zaobserwować, że zmiana częstotliwości repetycji badanego lasera od 10 kHz do 0,5 kHz pociągała za sobą wzrost energii impulsów z 0,32 mJ do 4,15 mJ oraz skrócenie czasu trwania impulsów z 320 ns do 56 ns, co skutkowało wzrostem ich mocy szczytowej z ~ 1 kW do 74 kW.





Rys. 3.4.11. Energia impulsu w funkcji mocy promieniowania pompy padającego na kryształ dla różnych częstotliwości repetycji.

Rys. 3.4.10. Czas trwania impulsu w funkcji mocy promieniowania pompy padającego na kryształ dla różnych częstotliwości repetycji.

W wyniku przeprowadzonych w trakcie realizacji zadania badawczego analiz, badań eksperymentalnych oraz optymalizacji opracowano demonstrator hybrydowego lasera erbowego z A-O modulacją dobroci rezonatora pompowanego koherentnie wiązką lasera włóknowego Er-szkło o mocy 9 W. Zdjęcie demonstratora przedstawiono na rys. 3.4.12.



Rys. 3.4.12. Demonstrator hybrydowego lasera Er:YAG generującego promieniowanie w zakresie "bezpiecznym dla wzroku".

Zbudowany demonstrator lasera Er:YAG charakteryzuje się następującymi parametrami:

- długość fali generacji 1645 nm,
- częstotliwość repetycji impulsów 500 Hz 10 kHz,
- energia impulsu generacji 4.1 mJ 0.3 mJ,
- moc szczytowa impulsu generacji 120 kW 0,84 kW
- czas trwania impulsu generacji 37 ns 370 ns,- jakość wiązki M<sup>2</sup> bliski 1.

Parametry zaprezentowanego demonstratora dowodzą, że laser Er:YAG na bazie kryształu domieszkowanego jonami erbu na poziomie do 0.25 % at. pompowany koherentnie na długości fali 1532 nm jest doskonałym źródłem impulsów nanosekundowych z zakresu widma bezpiecznego dla wzroku. Najważniejsze wyniki badań lasera hybrydowego Er:YAG przedstawiono w artykułach [A22, A23, C15, C23]. Prowadzone prace były finansowane przez projekty [P76, PBS 6 – 945].

# 3.5. Analiza i badania hybrydowego lasera Ho:YAG

## 3.5.1. Wstęp

Obszar średniej i bliskiej podczerwieni obejmujący zakres promieniowania optycznego w zakresie 2 - 12 µm jest jednym z najaktywniejszych obszarów prac badawczych w technice laserowej początku XXI wieku. Zainteresowanie tym obszarem wynika między innymi z tego, że współczesne technologie bezpieczeństwa i monitoringu środowiska operują w tym zakresie ze względu na występowanie w nim linii widmowych charakterystycznych dla wielu związków organicznych i biologicznych. W zadaniach sondowanie atmosfery w celu wykrycia i rozpoznania skażeń, oceny składu atmosfery, pomiaru wilgotności, zawartości dwutlenku węgla, węglowodorów niezbędne jest stosowania impulsowych wiązek laserowych o długościach fali dostrojonych do konkretnych linii absorpcyjnych. Zakres widmowy średniej podczerwieni wykorzystywany jest również w badaniach materiałowych i chemicznych. Ponadto, zakres widmowy w obszarze 1.5 - 2.2 μm ma szczególne znaczenie i liczne zastosowania zarówno w życiu cywilnym, jak i technice wojskowej ze względu na oddziaływanie promieniowania o tych długościach fal na wzrok ludzki. Jest to tak zwany zakres bezpieczny dla wzroku ("eye-safe region"). Ze względu na możliwość generacji promieniowania o długości fali w obszarze 2 µm uwaga nasza została skupiona na badaniach laserów na ośrodkach domieszkowanym holmem (Ho<sup>3+</sup>) z wykorzystaniem światłowodowego lasera pompującego Tm:fiber.

## 3.5.2. Badania lasera pompującego

Warunkiem uzyskania wydajnej generacji lasera holmowego jako głównego elementu lasera hybrydowego było zapewnienie odpowiedniej mocy oraz odpowiednich parametrów włóknowego pompującego lasera tulowego. Jako źródło pompujące wykorzystano 20 W laser tulowy Tm:fiber (IPG TLR-20-LP) pracy ciągłej generujący promieniowanie liniowo spolaryzowane firmy IPG Photonics (Rys. 3.5.1). Laser generował promieniowanie o długości fali  $\lambda$  = 1908 nm z szerokością widmową 0.4 nm (FWHM). Wyjście lasera światłowodowego zakończone było układem kolimatora, dzięki czemu promieniowanie wyjściowe charakteryzowało się następującymi parametrami przestrzennymi: rozbieżność wiązki – 0.6 mrad, średnica wiązki – 4.2 mm, parametr M<sup>2</sup> – 1.05.



Rys. 3.5.1. Fotografia lasera Tm:fiber IPG generującego promieniowanie o długości fali  $\lambda$  = 1908 nm o mocy wyjściowej Pwy = 20 W CW

Pomiaru mocy wyjściowej lasera pompującego dokonano bezpośrednio za wyjściem włókna światłowodowego. Badania przeprowadzono dla pracy w reżimie CW oraz częstotliwości pracy lasera f = 20Hz z czasem wypełnienia impulsów pompujących o wartości 8 ms co daje reżim pracy z wypełnieniem DF = 16% oraz dla pracy CW. W celu porównania wyników ze sobą po przeliczeniu średnich mocy z pomiarów w reżimie qCW na moc wyjściową maksymalną widać, że laser pompujący nie jest wrażliwy na sposób pracy. Wraz z przejściem reżimu pracy od impulsowego do CW jedynie

dla maksymalnych mocy prądu sterującego wzrastają dodatkowe efekty termiczne co pociąga za sobą niewielki spadek dostępnej mocy wyjściowej. Wyniki badań przedstawiono na rys. 3.5.2.



Rys. 3.5.2. Charakterystyki energetyczne dla różnych reżimów pracy pompującego lasera Tm:fiber

### 3.5.3. Schemat badanego lasera i stanowiska pomiarowego

Przedmiotem badań był laser zbudowany na krysztale Ho:YAG o 1% domieszce jonami holmu o średnicy  $\phi = 4$  mm i długości I = 20 mm. Maksimum absorpcji tego kryształu ( $\lambda = 1908$  nm) bardzo dobrze pokrywało się z widmem emisji tulowego lasera pompującego generującego promieniowanie na tej długości fali. Wstępne badania kryształu Ho:YAG pozwoliły dobrać odpowiednie parametry pracy lasera pompującego. W reżimie pracy qCW laser pracował impulsowo z częstotliwością 20 Hz, czasem trwania impulsu 8 ms co stanowiło czas porównywalny z czasem życia jonów Ho w osnowie YAG. W pomiarach wykorzystano stanowisko pomiarowe przedstawione na rys. 3.5.3.



Rys. 3.5.3. Schemat lasera i układu pomiarowego

Opracowana konstrukcja układu chłodzącego ośrodek czynny umożliwiała doprowadzenie płynu chłodzącego w zewnętrznego zamkniętego układu, z którego jednocześnie chłodzony był modulator akustooptyczny.



Rys. 3.5.4. Fotografia lasera Ho:YAG z akustooptycznym modulatorem dobroci rezonatora.

Wszystkie elementy zostały umieszczone na ruchomych stolikach przesuwnych XYZ w celu niezależnej możliwości regulacji każdego elementu składowego rezonatora. Fotografię opracowanej konstrukcji rezonatora lasera Ho:YAG przedstawiono na Rys. 3.5.4.

### 3.5.4. Badania lasera holmowego w reżimie generacji swobodnej

Wstępne badania różnych konfiguracji rezonatora oraz elementów laserowych pozwoliły dobrać odpowiednie elementy w celu optymalizacji pracy lasera. W przypadku generacji swobodnej największą moc wyjściową uzyskano stosując płaskie dichroiczne zwierciadło wejściowe RM (HT@1908, HR@2090) oraz zwierciadła wyjściowe o promieniu krzywizny Roc = 100 mm. Badania generacji swobodnej lasera Ho:YAG przeprowadzono w układzie przestawionym na rys. 3.5.3 bez modulatora dobroci. Długość rezonatora lasera Ho:YAG została zoptymalizowana dla promienia krzywizny zwierciadła wyjściowego OC i wynosiła L =100 mm.

Badania generacji swobodnej lasera Ho:YAG dla režimu gCW zostały przedstawione na rys. 3.5.5 i odpowiednio dla reżimu CW na rys. 3.6.6. Jak widać z przeprowadzonych badań większą sprawnością różniczkową (prawie 80%) charakteryzował się laser pracujący w reżimie qCW dla zwierciadła wyjściowego o transmisji wyjściowej T<sub>Ho3</sub>=30% osiągając maksymalną średnią moc wyjściową  $P_{max}$  (gCW) = 2.38 W. W przypadku reżimu CW charakterystykę energetyczną zbadano dla transmisji wyjściowej T<sub>Ho3</sub>=30%. Uzyskano maksymalną moc wyjściową P<sub>max (CW)</sub> = 13.30 W ze sprawnością różniczkową 70%.





Rys. 3.5.5. Moc wyjściowa średnia lasera w Rys. 3.5.6. Moc wyjściowa lasera w reżimie CW reżimie qCW w funkcji mocy wejściowej padającej na ośrodek czynny (fp = 20 Hz, tp = 8 ms, 16% DF)

w funkcji mocy wejściowej padającej na ośrodek czynny

#### 3.5.5. Badania generacji impulsowej hybrydowego lasera holmowego

W celu uzyskania generacji impulsowej lasera Ho:YAG między kryształ holmu i zwierciadło wyjściowe wstawiono komórkę akustooptyczną ze ścianami bocznymi wykonanymi pod kątem Brewstera. Laser pompujący Tm:fiber pracował w trybie CW, a sterowanie komórką akustooptyczną uzyskano poprzez układ generatora impulsowego umożliwiający zmianę częstotliwości przełączania dobroci rezonatora oraz regulowanym czasem otwarcia bramki. W ramach badań, czas trwania generowanych impulsów laserowych oraz moce średnie oraz energie generowanych impulsów mierzono dla kilku wartości częstotliwości pracy generatora f<sub>gen</sub> równej: 4, 5, 7, 10 oraz 15 kHz. Na rys. 3.5.7. przedstawiono energie generowanych impulsów dla kilku wybranych wartości częstotliwości modulatora AO w zależności od mocy wejściowej. W celu obliczenia sprawności różniczkowej ten sam wykres przedstawiono w zależności od wejściowej energii padającej na kryształ (rys. 3.5.8).





Rys. 3.5.7. Energia generowanych impulsów dla różnych częstotliwości pracy modulatora w zależności od mocy wejściowej

Rys. 3.5.8. Energia generowanych impulsów dla różnych częstotliwości pracy modulatora w zależności od energii wejściowej

Wraz ze zmniejszaniem się częstotliwości pracy generatora, uzyskiwano coraz krótsze czasy trwania generowanych impulsów laserowych co przedstawiono na rys. 3.5.9.



Rys. 3.5.9. Zależność czasu trwania impulsów od prądu zasilacza dla różnych częstotliwości pracy modulatora

W tabeli 3.5.1 umieszczono zbiorcze zestawienie najlepszych uzyskanych wyników pomiarów impulsów promieniowania lasera Ho:YAG przy pracy CW lasera Tm:fiber dla różnych częstotliwości pracy modulatora.

f <sub>gen</sub> [kHz]	t <sub>imp</sub> [ns]	P <sub>śr</sub> [W]	E <sub>imp</sub> [mJ]	P <sub>peak</sub> [kW]
4	8.8	8.07	2.18	247.16
5	9.26	10.20	2,04	216.52
7	11	10.56	1.51	137.14
10	15	11.00	1.10	73.33
15	20	11.20	0.75	37.33

Tab. 3.5.1. Zestawienie najlepszych uzyskanych wyników pomiarów

Najkrótsze zaobserwowane czasy trwania generowanych impulsów laserowych dochodziły do wartości poniżej 10 ns. Dla impulsów laserowych o najkrótszych czasach trwania moce szczytowe dochodziły do wartości 250kW. Pomiaru widma opracowanego lasera hybrydowego dokonano przy pomocy analizatora widma firmy Yokogawa. Maksimum intensywności zaobserwowano dla  $\lambda$  = 2090.23 nm z szerokością widmową FWHM = 0.96 nm. Wyniki badań przedstawiono na rys. 3.5.10.

Sprawozdanie naukowe Instytutu Optoelektroniki WAT za lata 2010 - 2012



Rys. 3.5.10. Pomiar widma lasera Ho:YAG



Rys. 3.5.11. Pomiar kaustyki lasera Ho:YAG

Oszacowania parametru  $M^2$  dokonano na podstawie pomiaru kaustyki wiązki laserowej z zastosowaniem soczewki skupiającej o ogniskowej f=250 mm. Badania przeprowadzono dla częstotliwości pracy lasera f<sub>rep</sub> = 5kHz. W całym zakresie mocy pompy laser generował wiązkę o kształcie zbliżonym do gaussowskiego o parametrze  $M^2$  nie przekraczającym wartości 1.5 (rys. 3.5.11).

Wyniki prowadzonych badań związanych z budową oraz analizą laserów opartych na krysztale Ho:YAG dostępne są między innymi w publikacjach [A34], [C53].

## 3.6. Badania pompowanego diodowo lasera Tm:YLF

Analizy teoretyczne, modelowanie i prace eksperymentalne nad pompowanymi diodowo laserami Tm:YLF prowadzone są w IOE od 2006 r. Z uwagi na korzystną kombinację parametrów spektroskowpowych i termo-optycznych lasery Tm:YLF oferują największe energie i moce szczytowe w grupie laserów generujących w obszarze widma 1.9-2 µm i znajdiją liczne zastosowania w monitoringu atmosfery, terapii medycznej i spektroskopii. Celem prac prowadzonych w latach 2010-2012 było opracowanie modułowej wersji pasywnie chłodzonego impulsowego lasera Tm:YLF która stanowi moduł pompujący przestrajalnego lasera Cr:ZnSe pracującego w reżimie przełączania wzmocnienia. Cel ten został zrealizowany, a opracowany układ impulsowego lasera Tm:YLF z powodzeniem zastosowano jako laser pompujący w modelu laboratoryjnym laser Cr:ZnSe.

## 3.6.1. Układ pompujący

Jako moduł pompujący lasera Tm:YLF zastosowano dwie półprzewodnikowe diody laserowe z firmy LIMO (LIMO25-F200-DL793-EX282) z wyjściem światłowodowym o następujących parametrach podanych przez producenta:

- maksymalna wartość prądu zasilającego 35A;
- maksymalna moc wyjściowa 25W;
- napięcie pracy 1.90V;
- średnica światłowodu prowadzącego promieniowanie 200μm / NA 0.22.



Rys. 3.6.1. Fotografia modułu pompującego wykorzystanego po badania lasera Tm:YLF (DL1 – dioda FG-B 0028, DL2 – dioda FG-B 0027)

W celu zapewnienia odpowiednich warunków pracy modułu pompującego (Rys. 3.6.1) zaprojektowano układ chłodzenia diod pompujących z wykorzystaniem modułów Peltiera sterowanych z zewnętrznego układu kontrolera temperatury. Moduły pompujące FG-B 0028 (DL1) oraz FG-B 0027 (DL2) umieszczone zostały na dwóch niezależnych układach kontrolnych z wykorzystaniem niezależnych chłodziarek termoelektrycznych TEC1-12706 o mocach 53W każda. Do każdej z diod zastosowano po dwa takie ogniwa TEC. Ciepło z "gorących" dolnych powierzchni ogniw TEC odprowadzane było do przepływowej chłodnicy miedzianej, której temperatura utrzymywana był na poziomie 17<sup>o</sup>C w zamkniętym obiegu, dzięki zewnętrznej przepływowej chłodnicy z posiadanego

układu chłodzenia. Taki sposób konstrukcji układu sterowania i kontroli temperatury modułów zasilających umożliwiał niezależne nastawy temperatury na każdej diodzie poprzez możliwość regulacji napięcia na rezystancji termistora na diodach DL1 i DL2 co skutkowało ustaleniem temperatury górnej powierzchni chłodziarek, a tym samym wpływało na długość fali generowanej przez diody. Chłodziarki TEC sterowane były z zespolonego zasilacza laserowego HPLDD-60A-600W umożliwiającego także zasilanie diod laserowych w reżimie CW. Ze względu na potrzebę sterowania modułem zasilającym także w reżimie qCW jako układ zasilający diody wykorzystano zasilacz SDL 830.

Ustawienia zasilacza oraz układu kontroli temperaturowej:

- napięcie pracy zasilacza SDL (compliance) 4.2 V;
- maksymalny wartość prądu sterującego diody (current limit) 35.3 A;
- napięcie na rezystancji termistora układu kontroli temperaturowej 2.1 V (na obu diodach) co odpowiadało nominalnej temperaturze pracy diod podanej przez producenta o wartości 20°C.

Mając do dyspozycji dwa moduły pompujące i dwa światłowody doprowadzające (S1, S2) przebadano wszystkie możliwe kombinacje połączeniowe w celu uzyskania maksymalnej mocy wyjściowej. Spośród wszystkich możliwości połączeniowych najlepsze parametry energetyczne uzyskano przy połączeniu DL1+S1. Pomiaru mocy wyjściowej dokonano bezpośrednio na wyjściu światłowodu. Dla takich samych warunków sterowania (T =  $20^{\circ}$ C) większą moc wyjściową uzyskano dla diody DL1 w połączeniu ze światłowodem doprowadzającym S1. Wyniki badań energetycznych przedstawiono na rys. 3.6.2.



Rys. 3.6.2. Charakterystyki energetyczne modułów pompujących DL1+S1 oraz DL2+S2

Badania widma pompujących modułów laserowych przeprowadzono wykorzystując analizator widma firmy Yokogawa AQ6370B umożliwiający pomiar w zakresie

600 – 1700 nm. Pomiaru charakterystyk widmowych dokonano dla kilku reżimów pracy w zależności od temperatury złącza półprzewodnikowego w celu zbadania zależności Δλ/ΔΤ: I<sub>p</sub> = 16 A, f = 10 Hz, DF = 5% (t<sub>p</sub> = 5ms); I<sub>p</sub> = 16 A, f = 10 Hz, DF = 10% (t<sub>p</sub> = 10ms); I<sub>p</sub> = 26 A, CW.

Badania w reżimie qCW z wypełnieniem impulsu pompującego na poziomie 5% dokonano z rozdzielczością analizowanego widma 0.1 nm. Z przeprowadzonej analizy oszacowano średnią wartość dryftu temperaturowego diod na poziomie 0.5 nm/2<sup>o</sup>C. Charakterystyki widmowe dla parametrów sterujących I<sub>p</sub> = 16A, f = 10Hz, DF = 10% (t<sub>p</sub> = 10 ms) przedstawiono na rys. 3.6.3. Dla reżimu CW dla prądu sterującego I = 26A charakterystyki przedstawiono na rys. 3.6.4.

Porównując zestawione wyniki badań widmowych dla tych samych warunków sterowania widać różnicę w długościach fal generowanych przez oba moduły. Przy przejściu do reżimu pracy CW również następuje zmiana generowanej długości fali w kierunku fal dłuższych.



Rys. 3.6.3. Charakterystyki widmowe modułu pompującego DL1+S1 w zależności od temperatury złącza



Rys. 3.6.4. Charakterystyki widmowe modułu pompującego DL1+S1 w zależności od temperatury złącza dla reżimu pracy CW.

### 3.6.2. Badania generacji lasera podczas generacji swobodnej

Dokonano charakteryzacji parametrów generacyjnych ośrodka laserowego, jakim był kryształ domieszkowanego jonami tulu fluorku litowo itrowego. (Tm:YLF). W pierwszej kolejności dokonano pomiaru widma emisji kryształu oraz jego sprawności absorpcyjnej. uzyskane wyniki eksperymentalne przestawiono na rys. 3.6.5 i 3.6.6.



Rys. 3.6.5. Widmo emisji spontanicznej



Rys. 3.6.6. Absorpcja ośrodka aktywnego dla różnych temperatur diody pompującej

Na podstawie danych uzyskanych w eksperymencie oraz w literaturze zaprojektowano układ optyczny zapewniający odpowiedni rozkład promieniowania diody pompującej w ośrodku. Układ ten złożony był z dwóch soczewek kwarcowych pokrytych warstwami antyrefleksyjnymi o ogniskowych f1=22mm i f2=44mm co odpowiada dwukrotnemu powiększeniu optycznemu. Średnica wiązki pompującej w krysztale laserowym wynosiła w przewężeniu około 400 µm.

Ośrodek aktywny umieszczony był w miedzianej głowicy, która pełniła rolę pasywnego układu chłodzenia. W laserze nie wykorzystano wymuszonego obiegu powietrza ani chłodzenia cieczą, jak to miało miejsce we wcześniejszych konstrukcjach.

W pierwszym etapie badań zestawiono prosty rezonator złożony z płaskiego zwierciadła dichroicznego oraz sferycznego zwierciadła wyjściowego (Rys. 3.6.7). Eksperymentalnie stwierdzono najlepsze dopasowanie modów rezonatora i pompy dla zwierciadła o promieniu krzywizny R=200 mm i długości rezonatora wynoszącej 140 mm. Wykonano charakteryzacje parametrów lasera w reżimie generacji swobodnej przy parametrach pompowania: czas trwania impulsu pompującego 10 ms, repetycja 10 Hz. Pozwoliło to zmniejszyć obciążenie cieplne ośrodka wzmacniającego dziesięć razy w stosunku do pompowania ciągłego (CW - continuous work). Uzyskano prawie 3 W chwilowej mocy wyjściowej przy sprawności różniczkowej około 50% (Rys. 3.6.8)



Rys. 3.6.7. Schemat rezonatora lasera Tm:YLF.



Rys. 3.6.8. Charakterystyka generacji lasera Tm:YLF w reżimie pracy qCW.

Podczas eksperymentu zbadano wpływ zmiany temperatury diody pompującej na sprawność i moc wyjściową omawianego lasera, ale nie stwierdzono zauważalnego wpływu tych zmian. Szerokie widmo absorpcji ośrodka laserowego oraz długość fali promieniowania pompy wynosząca około 788 nm dla współczynnika wypełnienia 10% przebiegu prądu zasilającego diodę, zaowocowała niewrażliwością parametrów wyjściowych lasera na zmiany jej temperatury.

### 3.6.3. Badania generacji lasera z modulacją dobroci

W celu wymuszenia pracy impulsowej zastosowano technikę modulacji dobroci przy użyciu modulatora akustooptycznego firmy Gooch-Housego, wysterowanego z generatora mocy RF o parametrach wyjściowych: częstotliwość 40.1 MHz, moc wyjściowa 15 W. Po przeprowadzeniu wstępnych eksperymentów stwierdzono, że modulator nie jest w stanie powstrzymać generacji lasera dla wysokich mocy diody pompującej przy pierwotnych parametrach czasowym pompowania. Powodowało to "wyciekanie" energii z ośrodka laserowego i tym samym zmniejszanie inwersji obsadzeń co owocowało niską sprawnością ekstrakcji energii w generowanym impulsie. Aby zniwelować ten problem zmniejszono czas trwania impulsu pompującego zwiększając jednocześnie częstotliwość generacji, w celu zachowania 10% współczynnika wypełnienia prądu serującego diodą pompującą, a co za tym idzie zachowania tego samego obciążenia cieplnego ośrodka wzmacniającego. Modulator akustooptyczny został zsynchronizowany z układem zasilania diody laserowej, dzięki czemu sama komórka modulatora także nie wymagała dodatkowego chłodzenia (10% obciążenia cieplnego).

Wykonano charakteryzacje parametrów wyjściowych lasera, których wyniki przedstawiono na rys. 3.6.10. Udało się uzyskać impulsy promieniowania laserowego o energii około 5,5 mJ przy czasie trwania rzędu 11 ns (Rys. 3.6.9), co odpowiada mocy szczytowej równej 0,5 MW. Sprawność różniczkowa wynosiła 22%.



Rys. 3.6.9. Przebieg czasowy generowanego impulsu promieniowania laserowego.



Rys. 3.6.10. Charakterystyka energetyczna lasera Tm:YLF pracującego w reżimie przełączania strat.

Dokonano pomiaru jakości wiązki podczas impulsowej pracy badanego lasera. W tym celu zmierzono średnicę wiązki w przewężeniu za ogniskiem soczewki o ogniskowej 300 mm. Do pomiaru wykorzystano kamerę Spiricon III firmy Ophir, charakteryzującą się wysoką czułością matrycy w obszarze widmowym 1.9 μm, wyzwalaną tym samym sygnałem co komórka modulatora akustooptycznego. Wynik pomiaru przedstawiono na Rys. 3.6.11. Punkty pomiarowe aproksymowano zgodnie z parabolicznym prawem propagacji wiązek gaussowskich i uzyskano wysoką zgodność eksperymentu z teorią. Obliczony parametr M<sup>2</sup> wiązki laserowej wynosił 1.15, co świadczy o pracy lasera w modzie podstawowym.



Rys. 3.6.11. Średnica wiązki laserowej za ogniskiem (Z=0) soczewki o ogniskowej 300 mm

# 3.7. Laser Nd:YAG pompowany poprzecznie matrycami diod laserowych dużej mocy

Podstawowym celem prowadzonych badań było opracowanie głowicy laserowej pompowanej 2D matrycami diod dużej mocy energetycznie porównywalnej z głowicą klasyczną pompowaną lampą.



Rys. 3.7.1. Idea głowicy klasycznej lasera Nd:YAG pompowanej lampą i głowicy z dwiema 2D matrycami diod laserowych.

Zastąpienie lampy matrycami diod laserowych ma wiele zalet, a mianowicie głowica pompowana diodowo charakteryzuje się: kilkadziesiąt razy większą sprawnością, dużą niezawodnością i dłuższym czasem pracy (qcw > 10<sup>9</sup> impulsów), mniejszymi problemami z efektami termo-optycznymi mającymi wpływ na parametry przestrzenne wiązki laserowej, stabilizacją parametrów wyjściowych lasera, prostym zasilaniem i sterowaniem, możliwością zastosowania chłodzenia pasywnego ośrodka laserowego i matryc diod, możliwością stosowania różnych geometrii ośrodka laserowego i sposobów jego pompowania.

## 3.7.1. Głowica lasera NdYAG pompowana poprzecznie diodami laserowymi

Schemat opracowanej głowicy laserowej z ośrodkiem aktywnym w postaci slaba Nd:YAG pompowanego dwiema 2D matrycami diod laserowych przedstawia rys. 3.7.2.



Rys. 3.7.2. Głowica lasera Nd:YAG pompowanego 2D matrycami diod laserowych

Ośrodki laserowe w postaci slabów o wymiarach 4 mm x 4 mm x 72 mm wykonano z kryształu Nd:YAG z 1% domieszką jonów Nd. Wykonano trzy slaby różniące się kątem ścięcia końców:

1/ kąt  $89^{\circ}$  – kąt uniemożliwiający wzbudzanie się generacji swobodnej na końcach slaba, na końcach warstwy AR@1064 nm, 2/ kąt  $28^{\circ}$ , Brewstera, 3/ kąt  $45^{\circ}$  – na końcach warstwy AR@1064 nm dla kąta padania  $45^{\circ}$ . Od strony diod slaby pokryto warstwami AR@808 nm. Do pompowania slaba wykorzystano dwie 2D matryce diod laserowych JOLD-2000-Q-8A chłodzone kondukcyjnie o następujących parametrach: moc – do 2.4 kW qcw, długość fali generacji około 808 nm, zależna od temperatury, prądu diody, częstotliwości i czasu trwania impulsów, szerokość pasma generacji – 3 nm, 8 linijek z odstępem 1.7 mm, kąt rozbieżności w osi szybkiej  $66^{\circ}$ , kąt rozbieżności w osi wolnej  $10^{\circ}$ , t<sub>max</sub> – 1.5 ms, I<sub>max</sub> – 300 A. W głowicy matryce diod laserowych były ustawione tak, że linijki diod były prostopadłe do osi optycznej slaba. Promieniowanie z diod laserowych za pomocą soczewki cylindrycznej o ogniskowej 15 mm ogniskowano w slabie.

## 3.7.2. Charakterystyki pompy diodowej

Charakterystyki rozkładu przestrzennego inwersji obsadzeń w przekroju poprzecznym slaba przedstawione są na rys. 3.7.3a (wynik eksperymentalny) i rys. 3.7.3b (wynik analizy teoretycznej). Obszar aktywny w slabie ma kształt prostopadłościanu o długości 60 mm wzdłuż osi slaba, o wysokości 2.5 mm i głębokości 4 mm.



a. Eksperyment (ramka 4mm x 4 mm)



b. Model (ramka 4 mm x 4mm)

Rys. 3.7.3. Rozkład inwersji obsadzeń w przekroju poprzecznym slaba dla E $_{pompy}$  = 800 mJ, t $_{imp}$  = 250  $\mu s$ 

Wykorzystując pomierzone charakterystyki widmowe promieniowania pompującego (przykładowa charakterystyka dla T =  $20^{\circ}$ C, t<sub>imp</sub> = 250 ms, f = 10 Hz, I<sub>max</sub> = 250 A przedstawiona jest na rys. 3.7.4) oraz widmo absorpcji Nd:YAG z domieszką Nd 1% wyznaczono z opracowanego modelu teoretycznego efektywny współczynnik absorpcji tego promieniowania oraz sprawność absorpcyjną w funkcji prądu zasilania diod (rys. 3.7. 5). Dla maksymalnej sprawności absorpcyjnej 80% efektywny współczynnik absorpcji osiąga wartość 4 cm<sup>-1</sup>.



Rys. 3.7.4. Widmo promieniowania pompy (I<sub>max</sub>=250 A) oraz wsp. absorpcji 1% Nd:YAG



Rys. 3.7.5. Efektywny wsp. absorpcji promieniowania pompy oraz sprawność absorpcyjna w funkcji I<sub>max</sub>

## 3.7.3. Badania generacji swobodnej

Badania generacji swobodnej przeprowadzono umieszczając głowicę laserową w liniowym rezonatorze o długości  $L_{rez}$  = 20 cm ze zwierciadłem całkowicie odbijającym o promieniu krzywizny 2 m. Największe sprawności generacji uzyskano dla zwierciadła wyjściowego o transmisji  $T_{out}$ =50%. Charakterystyki energetyczne opracowanej głowicy dla trzech różnych slabów przedstawione są na rys. 3.7.6.



Rys. 3.7.6. Charakterystyki energetyczne głowicy Nd:YAG pompowanej 2D matrycami diod laserowych dla trzech różnych slabów.

Największą sprawność generacji 43% oraz maksymalną energię generacji 330 mJ uzyskano dla slaba z końcami ściętymi pod kątem 1°. Slaby w których generowana wiązka propaguje się przy wykorzystaniu zjawiska całkowitego wewnętrznego odbicia charakteryzowały się wyższym progiem generacji około 150 mJ oraz maksymalną energią generacji 310 mJ w przypadku slaba

brewsterowskiego i 270 mJ w przypadku slaba z kątem ścięcia 45<sup>°</sup>. Wadą ograniczającą spektrum zastosowań opracowanej głowicy jest generacja wielodomowa. Generowana wiązka w przekroju poprzecznym jest niesymetryczna. Zmierzone profile w przekroju poprzecznym generowanej wiązki w polu bliskim i dalekim dla głowicy ze slabem 1<sup>°</sup> przedstawione są na rys. 3.7.7. Zmierzony parametr jakości wiązki ma wartość M<sup>2</sup>>13, a zmierzone kąty rozbieżności odpowiednio  $\theta_x = 8$  mrad,  $\theta_y = 6$  mrad.



a) pole bliskie, ramka: 4.5 mm x 4.5 mm



b) pole dalekie; ramka 10 mrad x10 mrad  $\theta_x = 8 \text{ mrad}, \theta_y = 6 \text{ mrad}, \text{M}^2 > 13$ 

Rys. 3.7.7. Profile w przekroju poprzecznym generowanej wiązki w polu bliskim i dalekim

## 3.7.4. Badania generacji monoimpulsowej

Podstawowym problemem lasera z Q-switchem ograniczającym prąd diod pompujących jest zjawisko ASE (wzmocniona emisja spontaniczna - po przekroczeniu progowej wartości prądu pompującego ASE opróżnia górny poziom laserowy uniemożliwiając gromadzenie na nim energii co jest warunkiem sprawnej generacji monoimpulsowej). Badania ASE dla wykonanych slabów pompowanych dwiema matrycami diod laserowych o mocach szczytowych do 2400 kW każda umożliwiły poprawienie technologii slabów oraz selekcję slaba z końcami ściętymi pod kątem Brewstera. Prąd przy którym następowało wzbudzenie ASE w przypadku tego slaba był najwyższy i wynosił około 220 A. Badania generacji monoimpulsowej lasera z głowicą z tym slabem wykonano zarówno dla modulacji dobroci rezonatora za pomocą komórki Pockelsa z kryształu BBO oraz nieliniowego absorbera z kryształu Cr: YAG.

Długość rezonatora wykorzystywanego w badaniach generacji swobodnej wydłużono do 35 cm. Od strony zwierciadła całkowicie odbijającego umieszczono komórkę Pockelsa z kryształu BBO, a nastepnie polaryzator Glana. Od strony zwierciadła wyjściowego w celu symetryzacji przekroju poprzecznego generowanej wiązki umieszczono diafragmę o średnicy około 1.8 mm. W rezonatorze zastosowano zwierciadło wyjściowe o transmisji  $T_{out}$  = 85%. W laserze zastosowano przełączanie dobroci rezonatora do stanu wysokiego przez zwieranie napięcia ćwierć-falowego na komórce Pockelsa. Charakterystyki energetyczne lasera Nd:YAG dla generacji swobodnej i monoimpulsowej przedstawione są na rys. 3.5.8. Dla maksymalnego prądu zasilania matryc diod I<sub>max</sub> = 240 A uzyskano generację impulsów o energii 70 mJ o czasie trwania 10 ns.



Rys. 3.7.8. Charakterystyki generacji swobodnej i monoimpulsowej lasera ze slabem brewsteroskim Nd:YAG

Badania możliwości zastosowania pasywnej Q-modulacji lasera Nd:YAG ze slabem z końcami ściętymi pod kątem Brewstera przeprowadzono dla dwóch modulatorów o transmisjach początkowych T<sub>1</sub>=27.8% i T<sub>2</sub>=9% wykonanych z kryształu Cr:YAG. Modulator umieszczono od strony zwierciadła wyjściowego o transmisji T<sub>out</sub>=85%. Długość rezonatora skrócono do 20 cm.

Dla modulatora o transmisji  $T_1$  laser dla maksymalnej energii pompy 800 mJ (I = 240 A) generował 5 impulsów o całkowitej energii 100 mJ, o czasie trwania około 35 ns. Zastosowanie modulatora  $T_2$  spowodowało generację tylko 2 impulsów o łącznej energii 75 mJ i czasie trwania 22 ns. Oscylogramy serii impulsów na tle impulsu pompy oraz pojedynczego impulsu przedstawione są odpowiednio na rys. 3.7.9 i 3.7.10. Zmniejszając prąd zasilania diod do 180 A uzyskano generację pojedynczego impulsu o energii 37 mJ i czasie trwania również około 22 ns.





Rys. 3.7.9. Oscylogram 2 impulsów na tle impulsu pompy I=240 A,  $T_2=9\%$ 

Rys. 3.7.10. Oscylogram impulsu dla pompy  $I=240 A, T_2=9\%$ 

Podsumowując w wyniku pracy opracowano głowicę laserową Nd:YAG pompowaną dwiema 2D matrycami diod laserowych dużej mocy o parametrach energetycznych porównywalnych z klasyczną głowicą pompowaną lampą. Opracowana głowica chłodzona pasywnie może pracować z częstotliwością powtarzania impulsów do 10 Hz. Przy wykorzystaniu tej głowicy zbudowano układy laserowe, które dla generacji swobodnej generowały impulsy o energii do 330 mJ, a dla generacji monoimpulsowej za pomocą komórki Pockelsa z BBO impulsy o energii do 70 mJ i czasie trwania 10 ns. Dalsze prace będą miały na celu poprawę parametrów energetycznych oraz parametrów przestrzennych generowanych wiązek. Celem będzie generacja wiązki z parametrem M<sup>2</sup> < 2.

# 3.8. Światłowodowe układy laserowe typu MOPA

Impulsowe źródła promieniowania laserowego generujące impulsy o nanosekundowych czasach trwania i mocy szczytowej rzędu kW są niezastąpione w wielu dziedzinach gospodarki, przemysłu, czy też nauki. Lasery takie pracujące np. na długości fali ~1 μm znajdują zastosowanie do obróbki materiałów, w tym grawerowania, znakowania oraz drukowania. Do niedawna ten obszar zastosowań był zdominowany przez konwencjonalne lasery ciała stałego (np. Nd:YAG) pracujące w reżimie przełączania dobroci rezonatora. Podstawową wadą tych laserów jest brak możliwości niezależnego sterowania czasem trwania impulsu wyjściowego oraz częstotliwości repetycji. Odpowiedzią na to "zapotrzebowanie" są światłowodowe układy laserowe w konfiguracji Master Oscillator Power Amplifier (MOPA), gdzie parametry impulsu (czas trwania, częstotliwość powtarzania, długość fali, kształt impulsu) definiowane są w generatorze zadającym, którym najczęściej jest półprzewodnikowy laser z rozłożonym sprzeżeniem zwrotnym (ang. Distributed Feedback – DFB). W kolejnym kroku ciąg impulsów o zadanych parametrach wzmacniany jest w odpowiednio zaprojektowanej kaskadzie wzmacniaczy. W tym rozwiązaniu czas trwania i częstotliwość generowanych impulsów mogą być regulowane niezależnie, co jest bardzo dużą zaletą w stosunku do konwencjonalnych laserów ciała stałego. Układy o takiej konfiguracji pracują nie tylko na długości fali ~1 μm. W wielu zastosowaniach (np. łączność satelitarna, zdalne wykrywanie związków pochodzenia chemicznego i biologicznego, zdalny pomiar odległości itp.) niezbędne jest użycie promieniowania z tzw. pasma widmowego bezpiecznego dla wzroku ( $\lambda$ >1.4 µm). W tym zakresie widmowym można budować układy MOPA na bazie telekomunikacyjnych laserów DFB z bezpośrednią modulacją prądu oraz aktywnych światłowodów (wzmacniaczy) domieszkowanych jonami Er i/lub Er i Yb. Lasery DFB generujące impulsy promieniowania o długości fali ~2 μm są jeszcze niedostępne komercyjnie, co sprawia, że w tym zakresie widmowym układ MOPA musi wykorzystywać klasyczny laser jako generator zadający. W niniejszym podrozdziale zaprezentowane zostały trzy układy laserowe zbudowane w konfiguracji MOPA, pracujące na długości fali  $\sim 1 \, \mu m$ ,  $\sim 1.5$  $\mu$ m oraz ~2  $\mu$ m.

## 3.8.1. Układ MOPA @ 1 µm

Impulsowy układ laserowy w konfiguracji Master Oscillator Power Amplifier (MOPA), generujący promieniowanie o długości fali 1064 nm zrealizowano zgodnie z koncepcją przedstawioną na Rys. 3.8.1. W układzie, jako generator impulsów zadawanych, został zastosowany półprzewodnikowy laser DFB. Generował on ciąg impulsów o regulowanym czasie trwania z przedziału( 8-250) ns, przy niezależnie regulowanej częstotliwości repetycji w przedziale od 10 kHz do 500 kHz. Centralna długość fali generowanego promieniowania wynosiła 1063.91 nm. Szerokość połówkowa widma generowanego sygnału wynosiła 2 nm. Promieniowanie to, po przejściu przez izolator optyczny, wprowadzane było do światłowodu aktywnego pierwszego wzmacniacza bezpośrednio od czoła, z zastosowaniem dwóch soczewek asferycznych L1 i L2, ze sprawnością wprowadzanie na poziomie 60%. Przedwzmacniacz, zbudowany na bazie światłowodu dwupłaszczowego domieszkowanego jonami Yb3+, pompowany był współbieżnie. Promieniowanie pompy (@976 nm) o mocy max 25 W wprowadzane było również od czoła światłowodu - poprzez układ optyczny (soczewki L3 i L2). Światłowód aktywny (o długości 15 m) cechował się rdzeniem o średnicy 8 µm (0.09 NA) oraz prostokątnym płaszczem o wymiarach (180x240) µm.

Sprawozdanie naukowe Instytutu Optoelektroniki WAT za lata 2010 - 2012





Rolą pierwszego przedwzmacniacza było wzmocnienie sygnału do poziomu mocy/energii odpowiadającej mocy/energii nasycenia ośrodka aktywnego. W kolejnym kroku wzmocnione promieniowanie wprowadzane było za pomocą soczewek L4 i L5 (ze sprawnością na poziomie 70%) do wzmacniacza mocy zbudowanego z użyciem iterbowego światłowodu typu Large Mode Area (LMA). Średnica rdzenia/płaszcza tego światłowodu wynosiła 20/400 µm przy aperturze numerycznej (NA) - 0.06/0.46. Światłowód ten pompowany był współbieżnie (poprzez sprzęgacz kierunkowy typu 2x1+1) promieniowaniem diody laserowej (@976nm) o maksymalnej mocy 37.6 W. Wyjściowy koniec światłowodu obcięty został pod kątem 92° do osi włókna - dla zapewnienia redukcji odbić wstecznych. Celem odseparowania sygnału użytecznego od niezaabsorbowanego (przed domieszkę czynną włókna LMA ) promieniowania pompy, na wyjściu układu zastosowano zwierciadło dichroiczne. Szczegóły konstrukcji tego układu przedstawione zostały również w [A.21]. Wybrane wyniki pomiarów przedstawiono na Rys. 3.8.2 i Rys. 3.8.3.



Ch2 +width 8.200ns 8.200ns 100mVΩ M10.0ns A Ch2 J 240mV 0++ 4.20000ns

Rys. 3.8.2. Energia i moc szczytowa impulsu w funkcji mocy pompy wprowadzonej do wzmacniacza mocy. Czas trwania impulsu - 8 ns, częstotliwość repetycji - 10 kHz.

Rys. 3.8.3. Przykładowy oscylogram impulsu wyjściowego (wzmocnionego) o czasie trwania 8 ns.

Generator zadający (seed) generował wiązkę promieniowania o maksymalnej mocy średniej 28.2 mW, zależnej od czasu trwania impulsu i częstotliwości repetycji. Promieniowanie to zostało wzmocnione w przedwzmacniaczu do poziomu max. 0.4 W, który to uwarunkowany był występowaniem zjawiska wzmocnionej emisji spontanicznej (ASE). Po drugim stopniu wzmocnienia,

dla impulsów o czasie trwania 250 ns i częstotliwości 500 kHz, uzyskano maksymalną wyjściową moc średnią wynoszącą 22 W. Dla tej samej częstotliwości repetycji i impulsów o czasie trwania 8.5 ns moc średnia wynosiła 20 W, zaś moc szczytowa impulsu wzrosła ze 176 W do 4.7 kW. Najwyższą wartość energii impulsu, tj. 1.25 mJ, uzyskano dla najniższej zastosowanej wartości częstotliwości - 10 kHz. Moc szczytowa tego impulsu wynosiła 147 kW. Dalsze skalowanie mocy szczytowej impulsów wyjściowych było ograniczone energetycznym progiem uszkodzenia czoła światłowodu LMA. Widmo sygnału wyjściowego było zbliżone do widma sygnału generowanego przez laser DFB, z szerokością połówkową na poziomie 2 nm. Wiązka promieniowania wzmocnionego cechowała się również bardzo dobrą jakością - parametr M2 wynosił 1.05±0.02.

#### 3.8.2. Układ MOPA @ 1.55 µm

Schemat opracowanego układu laserowego generującego ciąg impulsów o długości fali 1.55 μm przedstawiony został na Rys. 3.8.4.



Rys. 3.8.4. Schemat układu MOPA generującego promieniowanie o długości fali 1550 nm. OI - izolator optyczny, WDM - sprzęgacz kierunkowy 980nm/1550nm, BPF - filtr pasmowo-przepustowy, TC - sprzęgacz z 1% portem monitorującym, LD - dioda laserowa, PCS - światłowodowy stripper promieniowania propagującego się w płaszczu światłowodu.

Jako generator impulsów użyto lasera DFB z bezpośrednią modulacją prądu zasilania. Generował on ciąg impulsów o czasie trwania od 0.7 ns do 5 ns, przy częstotliwości repetycji regulowanej niezależnie w przedziale od 400 kHz do 2 MHz. Laser pracował na centralnej długości fali 1549.5 nm (szerokość widma FWHM - 70 pm). Promieniowanie to w kolejnym kroku zostało wzmocnione w trzystopniowej kaskadzie wzmocnienia (dwa przedwzmacniacze erbowe i wzmacniacz erbowoiterbowy). Przedwzmacniacze zostały zbudowane z użyciem jednomodowych, jednopłaszczowych światłowodów erbowych z rdzeniem o średnicy 4 µm (Liekki, Er80-4/125). Pierwszy z nich (o długości 1.5 m) pompowany był współbieżnie promieniowaniem (500 mW) o długości fali 976 nm. Drugi zaś (o długości 1.3 m) pompowany był obustronnie promieniowaniem (976 nm) o maksymalnej mocy 1 W. W obu przypadkach promieniowanie z diod pompujących wprowadzane było do włókien aktywnych za pomocą sprzęgaczy WDM. Wzmacniacz mocy bazował na włóknie typu dwupłaszczpwego (o długości 2.4 m) z rdzeniem domieszkowanym jonami erbu i iterbu. Średnica rdzenia/płaszcza tego światłowodu wynosiła 6.5/125 μm, przy aperturze numerycznej (NA) 0.19/0.45. Światłowód ten pompowany był przeciwbieżnie, za pośrednictwem sprzęgacza (2x1)+1, promieniowaniem diody laserowej o max. mocy 10 W (@976 nm). Generator zadający oraz poszczególne stopnie wzmocnienie były odizolowane za pomocą odpowiednio dobranych światłowodowych izolatorów optycznych. Zastosowane dwa filtry pasmowo-przepustowe (100 GHz) miały za zadanie filtrowanie sygnału użytecznego (redukcja ASE). Ponieważ wzmacniacz mocy pompowany był przeciwbieżnie (absorpcja pompy na poziomie 8.5 dB), koniecznym było zastosowanie strippera promieniowania pompy niezaabsorbowanego przez domieszkę aktywną i propagującego się w płaszczu. Gwarantował on tłumienie mocy pompy na poziomie 12 dB, przy stratach wtrąceniowych - 0.3 dB. Do wyjścia układu (pasywny koniec sprzegacza mocy (2x1)+1) przyspawany został end-cap (wykonany we własnym zakresie) - celem podwyższenia progu uszkodzenia czoła światłowodu. Wybrane szczegóły konstrukcji tego układu przedstawione zostały również w [C.52, C.77]. Przykładowe wyniki pomiarów pokazano na Rys. 3.8.5 - 3.8.8.



Rys. 3.8.5. Średnia moc wyjściowa dla kilku wartości częstotliwości repetycji i impulsu o czasie trwania 1ns w funkcji mocy promieniowania pompy wprowadzonej do wzmacniacza mocy.



Rys. 3.8.6. Moc szczytowa impulsu o czasie trwania 1 ns zarejestrowana dla kilku wartości mocy promieniowania pompy wprowadzonej do wzmacniacza mocy w funkcji częstotliwości repetycji.





Rys. 3.8.7. Oscylogram impulsu o czasie trwania 1 ns, zarejestrowany na wejściu (przebieg górny) i wyjściu (przebieg dolny) wzmacniacza mocy.

Rys. 3.8.8. Pomiar średnicy wiązki wyjściowej w przewężeniu (dla 400 kHz, 1 ns i max. mocy wyjściowej).

Podczas eksperymentu przedwzmacniacze erbowe pracowały przy maksymalnym wzmocnieniu zdeterminowanym mocą promieniowania pompującego, podczas gdy moc promieniowania wprowadzana do wzmacniacza mocy regulowana była w przedziale od 0 do 9.14 W. Wyjściowa moc średnia, pomierzona za drugim przedwzmacniaczem erbowym wynosiła od 158 mW do 204 mW, w zależności od czasu trwania i częstotliwości impulsów zadawanych. Najwyższą wyjściową moc średnią całego układu rejestrowano dla najwyższej częstotliwości repetycji. Dla impulsów o czasie trwania 1 ns moc ta wynosiła 2.75 W (Rys. 3.8.5). Z kolei najwyższe wartości mocy szczytowej impulsu rejestrowano przy najniższej (stosowanej) częstotliwości pracy układu. Maksymalna zarejestrowana moc szczytowa impulsu (1 ns) wynosiła 6.1 kW przy energii 6.5 μJ (Rys. 3.8.6). Dalsze skalowanie mocy szczytowej ograniczone było występowaniem efektów nieliniowych - głównie samomodulacji fazy. Czas trwania impulsów wzmocnionych w stosunku do czasu trwania impulsów zadawanych nie uległ zmianie (Rys. 3.8.7). Wiązka wyjściowa charakteryzowała się bardzo dobrą jakością (Rys. 3.8.8). Parametr M<sup>2</sup> w osi x i y wynosił odpowiednio 1.060 oraz 1.055.

#### 3.8.3. Układ MOPA @ 2 µm

W przypadku układów typu MOPA pracujących na długości fali ok. 1 μm oraz 1.5 μm istnieją (są komercyjnie dostępne) półprzewodnikowe jednomodowe diody laserowe dostarczające impulsów promieniowania o żądanych parametrach (czasowych i widmowych), które to można użyć jako generatory zadające. Niestety, na chwilę obecną diody takie generujące promieniowanie w zakresie widmowym ok. 2 µm, są jeszcze niedostępne. Stąd też jako generatory zadające układów typu MOPA pracujących w tym paśmie widmowym wykorzystuje się m.in. różnego rodzaju lasery z pasywną oraz aktywną modulacją dobroci (ang. Q-switching), w tym też układy zrealizowane w wersji światłowodowej. Alternatywą do modulacji dobroci rezonatora lasera może być reżim pracy zwany przełączaniem wzmocnienia, gdzie modulację dobroci rezonatora lasera uzyskuje się poprzez włączanie/wyłącznie wzmocnienia układu (mocy promieniowania pompującego laser). W szczególności szybkie przełączanie wzmocnienia prowadzi do uzyskania krótkich (<50 ns) impulsów. Idea ta została zaimplementowana do światłowodowego lasera tulowego pompowanego rezonansowo (@1550 nm). Układ ten posłużył jako generator zadający impulsów o długości fali ~2 μm, które to w kolejnym kroku zostały wzmocnione we wzmacniaczu mocy. Schemat rozwiązania układowego przedstawiono na Rys. 3.8.9. Układ ten składa się z (1) lasera tulowego, (2) układu pompującego laser tulowy, zbudowanego w formacie MOPA oraz (3) wzmacniacza tulowego.



Rys. 3.8.9. Schemat układu MOPA generującego promieniowanie o długości fali ~2  $\mu$ m. TDF - światłowód domieszkowany jonami Tm<sup>3+</sup>, LD - dioda laserowa, ISO - izolator optyczny, HR FBG - siatka Bragga o wysokim współczynniku odbicia, OC FBG - siatka Bragga o danej transmisji.

Układ MOPA pracujący na długości fali 1550 nm stanowił pompę koherentną dla lasera tulowego. Generował on impulsy o czasie trwania ok. 100 ns przy częstotliwości repetycji regulowanej niezależnie (od czasu trwania impulsu) w przedziale (26-100) kHz. Maksymalna wyjściowa moc średnia układu wynosiła 3.5 W, co gwarantowało parametry impulsu @1.5 μm niezbędne do szybkiego przełączania wzmocnienia w laserze tulowym. Sam laser tulowy zbudowany został z użyciem 20 cm odcinka światłowodu dwupłaszczowego domieszkowanego jonami Tm<sup>3+</sup>. Średnica rdzenia/płaszcza tego światłowodu wynosiła 10/130 μm (0.15/0.46 NA). Światłowód ten pompowany był bezpośrednio do rdzenia. Rezonator lasera stanowiły dwie światłowodowe siatki Bragga, przy czym wyjściowa siatka Bragga cechowała się 90% współczynnikiem odbicia na długości fali 1994.5 nm (3 dB pasmo przepuszczania - 0.5 nm). Układ ten generał impulsy promieniowania o najkrótszym czasie trwania wynoszącym 25 ns. Szczegóły układu można również znaleźć w [A.121, C.80]. Tak uzyskany ciąg impulsów został wzmocniony w tulowym wzmacniaczu zbudowanym w oparciu o 2.5 m odcinek światłowodu o parametrach geometrycznych takich samych jak w przypadku włókna użytego do budowy oscylatora. Wzmacniacz pompowany był współbieżnie promieniowaniem diody laserowej (@976 nm) o max. mocy 30 W. Wybrane wyniki pomiarów zaprezentowano na Rys. 3.8.10 - 3.8.13.



Rys. 3.8.10. Widmo emisji wzmocnionych impulsów o długości fali ~2 μm.



Rys. 3.8.11. Wyjściowa moc średnia oraz energia impulsu wzmocnionego dla częstotliwości 26 kHz.





Rys. 3.8.12. Profil impulsu o najkrótszym czasie trwania. W tle zaprezentowano ciąg impulsów o częstotliwości repetycji 26 kHz.

Rys. 3.8.13. Promień wiązki wyjściowej w funkcji odległości od soczewki. W tle zaprezentowano profil wiązki wyjściowej w polu dalekim.

Opracowany laser generował ciąg impulsów o długości fali 1994.4 nm (Rys. 3.8.10), i w obrazie widma nie stwierdzono jego poszerzenia na skutek występowania np. efektów nieliniowych. Szerokość FWHM widma promieniowania wyjściowego wynosiła 1.2 nm. Dla maksymalnej dostępnej mocy pompy (30.2 W, @976 nm) i dla częstotliwości repetycji 26 kHz uzyskano wyjściową moc średnią 7.28 W, co odpowiadało mocy szczytowej impulsów wyjściowych o czasie trwania 25 ns (przy założeniu gausowskiego kształtu impulsu) - 10.5 kW (Rys. 3.8.11). Dla tego przypadku wzmacniacz pracował ze sprawnością różniczkową wynoszącą 31.1%. Kształt impulsu wyjściowego był asymatryczny z szybkim zboczem narastającym i wolniejszym zboczem opadającym (Rys. 3.8.12). Impuls ten był gładki, bez przemodelowań amplitudy. Dokonując pomiarów jakości wiązki promieniowania wyjściowego, stwierdzono, że parametr M2 w kierunku x i y wynosi odpowiednio 1.19 oraz 1.16. Parametry uzyskanych impulsów pozwalają na ich użycie jako pompy generatorów parametrycznych średniej podczerwieni.

# 3.9. Generatory supercontinuum średniej podczerwieni

Generacja supercontinuum (SC) jest procesem w którym monochromatyczne promieniowanie laserowe, na skutek oddziaływania z ośrodkiem nieliniowym, jest konwertowane na promieniowanie o szerokim widmie. Generacja SC najczęściej zachodzi w wyniku pompowania odcinka światłowodu o dużej nieliniowości i o odpowiednich własnościach dyspersyjnych impulsami promieniowania o wysokiej mocy szczytowej. Za poszerzanie widma odpowiedzialne są procesy nieliniowe zachodzące we włóknie optycznym (m.in. samomodulacja fazy, mieszanie czterofalowe, rozpraszanie Ramana). Mając do dyspozycji silnie nieliniowy światłowód oraz odpowiednie źródło pompujące można uzyskać generację SC w obszarze widmowym ograniczonym absorpcją ośrodka użytego do generacji. Najczęściej, jako pompy optyczne generatorów SC, stosowane są lasery z synchronizacją modów (ang. mode-locked lasers) generujące impulsy promieniowania o krótkich czasach trwania (poniżej 100 fs) i wysokich mocach szczytowych rzędu dziesiątek, a nawet setek kW. Wymagania na moc szczytową impulsów pompujących są tutaj oczywiste, gdyż optyczne efekty nieliniowe ośrodka generatora SC (odpowiedzialne za szerokość generowanego widma) zależą silnie od mocy szczytowej impulsów pompujących. Z drugiej jednak strony lasery z synchronizacją modów są mało elastyczne pod względem skalowania wyjściowej mocy średniej, są skomplikowane w budowie, drogie oraz wymagają ciągłego okresowego serwisowania, co dodatkowo podnosi koszty eksploatacji całego układu. Z tego też względu bardzo interesującym rozwiązaniem wydaje się zastąpienie tych laserów innymi układami, oferującymi bardziej praktyczny wymiar. W rozdziale tym zademonstrowane zostaną przykłady generatorów SC z zakresu średniej podczerwieni, z użyciem alternatywnych pomp optycznych.

## 3.9.1. Generacja supercontinuum w pasywnym światłowodzie krzemionkowym

Schemat blokowy układu generatora supercontinuum (SC) przedstawiony został na Rys. 3.9.1. Pompę optyczną stanowi tutaj układ MOPA generujący impulsy promieniowania (@1550 nm) o czasie trwania ~1 ns, przy częstotliwości repetycji 200 kHz. Impulsy, o zadanych parametrach czasowych i widmowych, zostały wzmocnione w kaskadzie trzech wzmacniaczy światłowodowych (dwa przedwzmacniacze erbowe oraz erbowo:iterbowy wzmacniacz mocy). Całkowite wzmocnienie układu wynosiło 58.5 dB, zaś maksymalna moc wyjściowa - 2.2 W. Szczegóły tej konstrukcji można znaleźć w [A.83, C.78].



Rys. 3.9.1. Schemat blokowy generatora SC z użyciem światłowodu krzemionkowego.

Ciąg wzmocnionych (w kaskadzie wzmacniaczy) impulsów ostatecznie wprowadzany był do konwencjonalnego krzemionkowego światłowodu jednomodowego SMF-28 (Corning) o średnicy rdzenia/płaszcza - 8/125 µm i długości 4.6 m. Technicznie światłowód ten był bezpośrednio przyspawany do wyjścia światłowodowego wzmacniacza mocy. Takie rozwiązanie umożliwiał opracowanie generatora SC całkowicie w wersji światłowodowej. Wybrane wyniki pomiarów zaprezentowano na Rys. 3.9.2- 3.9.4.





Rys. 3.9.2. Widmo wyjściowe promieniowania SC dla kilku wartości mocy wyjściowej.

Rys. 3.9.3. Moc wyjściowa promieniowania SC w funkcji mocy promieniowania pompującego wzmacniacz mocy.



Rys. 3.9.4. Jakość wiązki wyjściowej promieniowania SC: (a) profil intensywności w polu dalekim, (b) pomiar M<sup>2</sup> w osi X, (c) pomiar M<sup>2</sup> w osi Y.

Opracowany układ generował promieniowanie SC rozciągające się od ok. 1300 nm do 2500 nm (mierząc na poziomie -70 dB poniżej piku na długości fali pompy (1550 nm) przy maksymalnej (dostępnej) mocy pompującej (Rys. 3.9.2). Uzyskane widmo cechowało się również dużą płaskością. Zakładając 5 dB margines zmiany intensywności sygnału wyjściowego, widmo to rozciągało się od ok. 1600 nm do 2200 nm. Widmo to było również bardzo stabilne w czasie (zmiany <3%). Maksymalna mocy wyjściowa promieniowania SC w całym paśmie wynosiła 2 W, z czego 1.1 W (55% całkowitej mocy wyjściowej) odpowiadało falom dłuższym niż 1.65 μm (Rys. 3.9.3). Dalsze skalowanie szerokości widma promieniowania SC, było bardzo trudne – ze względu na bardzo duże straty absorpcyjne w światłowodzie krzemionkowym - w długofalowej części widma (powyżej 2 μm). Światłowód SMF pompowany był w część anomalną jego charakterystyki dyspersyjnej. W efekcie tego wprowadzane do niego 1 ns impulsy, na skutek niestabilności modulacji, uległy rozbiciu na wiele znacznie krótszych sub impulsów (solitonów) o dużej mocy szczytowej. Z kolei za poszerzanie widma w kierunku fal dłuższych odpowiedzialne jest tu samoistne przesunięcie solitonów w kierunku podczerwieni (ang. soliton self-frequency shift) na skutek rozpraszanie Ramana. Z uwagi na brak odpowiedniego autokorelatora, nie prowadzono pomiarów czasowych w/w sub impulsów. Nie mniej jednak, co pokazuje efektywne poszerzenie widma generacji SC, układ taki stanowi bardzo atrakcyjną alternatywę dla konwencjonalnej pompy fs. Przeprowadzone pomiary jakości wiązki wyjściowej (Rys. 3.9.4) pokazują, że wyjściowa wiązka promieniowania SC jest ograniczona tylko dyfrakcyjnie. Parametr M<sup>2</sup> w osi X i Y wynosił odpowiedzni 1.008 i 1.084.

### 3.9.2. Generacja supercontinuum w tulowych światłowodach krzemionkowych

W kolejnym eksperymencie postanowiono zbudować generator SC z użyciem jednomodowych światłowodów aktywnych (domieszkowanych jonami Tm3+). W tym podejściu światłowód tulowy pełni rolę jednocześnie ośrodka nieliniowego oraz ośrodka wzmacniającego. Cały układ opracowano całkowicie w wersji światłowodowej. Schemat poglądowy tego generatora SC przedstawiony został na Rys. 3.9.5. Układ składał się trzech podsystemów: układu MOPA (@1550 nm) wraz z odcinkiem światłowodu SMF oraz dwóch wzmacniaczy tulowych.



Rys. 3.9.5. Schemat generatora SC zbudowanego na bazie światłowodów domieszkowanych jonami Tm<sup>3+</sup>. TDF - światłowód domieszkowany jonami Tm3+, LD - dioda laserowa.

Układ MOPA dostarczał impulsów promieniowania (@1.55 µm) o czasie trwania (0.4-1) ns przy częstotliwości 200 kHz i średniej mocy wyjściowej 2.1 W. Układ MOPA wyposażony był na wyjściu w 2.5 m odcinek światłowodu SMF. Do światłowodu SMF przyspawano 1-m odcinek światłowodu tulowego typu dwupłaszczowego o średnicy rdzenia/płaszcza 10/130 µm (0.15/0.46 NA). W ten sposób światłowód tulowy był pompowany bezpośrednio w rdzeń. Drugi wzmacniacz został również zbudowany z użyciem światłowodu o parametrach identycznych jak powyżej, przy czym jego długość wynosiła 2.4 m. Światłowód ten pompowany był płaszczowo (z użyciem sprzęgacza (2x1)+1) promieniowaniem dwóch diod laserowych o łącznej mocy 9.5 W (@790 nm). Szczegóły tej konstrukcji można znaleźć w [A121, A123].

Celem tego eksperymentu było (1) wzmocnić impulsy generowane przez laser DFB (@1.55 µm) w kaskadzie wzmacniaczy światłowodowych, (2) następnie w światłowodzie SMF wstępnie poszerzyć widmo sygnału wyjściowego do ok. 2.4 µm, (3) dalej "przedłużyć" długofalową krawędź widma w kierunku podczerwieni oraz (4) ostatecznie wzmocnić promieniowanie przy jednoczesnym zachowaniu szerokości generowanego widma. Na wyjściu pierwszego wzmacniacza tulowego uzyskano widmo rozciągające się od ok. 1.3 µm do 2.5 µm (Rys. 3.9.6). Moc wyjściowa w całym paśmie wynosiła 0.9 W, z czego 0.85 W odpowiadało falom dłuższym niż 1.65 µm. Należy tutaj podkreślić fakt, że znaczna część promieniowania sygnału wstępnie poszerzonego w dziedzinie częstotliwości w światłowodzie SMF została zaabsorbowana (w paśmie do ok. 1.85 µm) przed jony czynne Tm<sup>3+</sup>.



Rys. 3.9.6. Widmo sygnału za pierwszym wzmacniaczem tulowym.

Na wyjściu całego układu, dla maksymalnej dostępnej mocy promującej drugi wzmacniacz tulowy, uzyskano wyjściową moc średnią równą 2.37 W (mierzoną dla fal dłuższych niż 1.65  $\mu$ m) ze sprawnością różniczkową wynoszącą 29%. Przeszło 20% mocy wyjściowej (0.49 W) odpowiadało falom dłuższym niż 2.4  $\mu$ m (Rys. 3.9.7). Zarejestrowane widmo generacji rozciągało się od ok 1.8  $\mu$ m do 2.7  $\mu$ m. (Rys. 3.9.8). 10 dB płaskość charakterystyki widmowej utrzymywana była w przedziale o rozpiętości 570 nm.





Rys. 3.9.7. Moc wyjściowa promieniowania SC w funkcji mocy promieniowania pompującego drugi wzmacniacz tulowy.

Rys. 3.9.8. Widmo promieniowania SC na wyjściu drugiego wzmacniacza tulowgo. Wstawka prezentuje 5, 10 i 20 dB płaskość widma.

Uzyskane widmo generacji SC zostało poszerzone, w stosunku do generacji SC tylko w pasywnym światłowodzie krzemionkowych (podrozdział 3.9.1), w kierunku średniej podczerwieni o dodatkowe 200 nm. To przesunięcie długofalowej granicy widma było efektem jednoczesnego wzmacniania w obydwu pasmach emisji jonów Tm<sup>3+</sup> w osnowie krzemionki, tj. ~(1.8-2.1) µm oraz ~(2.2-2.5) µm, co zostało szczegółowo wyjaśnione w [A123].

### 3.9.3. Generacja supercontinuum w światłowodach fluorkowych (ZBLAN)

Istotnym zagadnieniem związanym z budową generatora SC na zakres średniej podczerwieni jest wybór odpowiedniego ośrodka nieliniowego. Idealny ośrodek nieliniowy powinien charakteryzować się jak największą wartością parametru nieliniowości y proporcjonalnego do współczynnika nieliniowego materiału i odwrotnie proporcjonalnego do efektywnego pola modu wiązki laserowej propagującej się w tymże ośrodku. Im wieksza wartość parametr nieliniowości, tym krótszy ośrodek nieliniowy potrzebny do generacji promieniowania SC. Komercyjnie dostępne jednomodowe światłowody krzemionkowe wyróżniają się niewielką wartością tego parametru (ok. 1 W-1km-1). Zastosowanie światłowodów o strukturze kryształów fotonicznych, cechujących się znacznie większą wartością parametru y, wydaje się tutaj idealnym rozwiązaniem. Jednakże, biorąc pod uwagę długofalową granicę transmisji promieniowania szkieł krzemionkowych, okazuje się, że światłowody krzemionkowe, nawet fotoniczne, pozwalają na transmisję promieniowania tylko do ok. 2.4 μm (co wynika z absorpcji molekularnej krzemionki). Dobrym kandydatem na ośrodek nieliniowy z zakresu średniej podczerwieni jest włókno optyczne wykonane ze szkła fluorocyrkonowego - ZBLAN (ZrF4-BaF2-LaF3-AIF3-NaF), którego pasmo transmisji wynosi od ok. 200 nm do 4.5 µm. Włókna te charakteryzują się stosunkowo dojrzałą technologią wytwarzania oraz niewielkimi stratami, co oznacza możliwość transmisji promieniowania o stosunkowo dużych mocach. Poza włóknami ze szkła fluorkowego, dobrymi kandydatami na generatory SC średniej podczerwieni są włókna ze szkła chalkogenidowego gwarantujące zakres transmisji znacznie powyżej 6 µm. Jak dotychczas technologia wytwarzania włókien optycznych na bazie tych szkieł jest niedoskonała i wymaga poprawy.

W niniejszym podrozdziale zaprezentowane zostały dwa generatory SC zbudowane z wykorzystaniem światłowodu fluorkowego (ZBLAN) oraz pomp optycznych (opisanych częściowo w podrozdziale 3.9.1 i 3.9.2).

#### Generator SC pompowany impulsowym wzmacniaczem światłowodowym (@1.55 µm)

Poglądowy schemat układu generatora SC przedstawiony został na Rys. 3.9.9.



Rys. 3.9.9. Schemat blokowy generatora SC.

Źródło pompujące w konfiguracji MOPA, pracujące na długości fali 1.55 μm, składało się z półprzewodnikowego generatora impulsów (~1 ns) oraz kaskady wzmacniaczy światłowodowych, do wyjścia której dospawany został odcinek (2.5 m) światłowodu pasywnego SMF-28. Promieniowanie wychodzące ze światłowodu SMF wprowadzane był (za pomocą optyki objętościowej) do światłowodu ZBLAN. Sprawność wprowadzania promieniowania pompy wynosiła 55%. Światłowód fluorkowy cechował się średnicą rdzenia/płaszcza odpowiednio 7/125 μm (0.3 NA), punktem zerowej dyspersji (ZDW) w okolicy ~1.9 μm oraz długością fali odcięcia -2.04 μm. Maksymalna średnia mocy wyjściowa generowana przez układ MOPA, detekowana za światłowodem SMF wynosiła 1.56 W. Około 0.85 W mocy wprowadzono do światłowodu ZBLAN. Charakterystyki energetyczne uzyskanego promieniowania SC przedstawiono na Rys. 3.9.10.



Rys. 3.9.10. Średnia mocy wyjściowa promieniowania SC w funkcji mocy pompującej. η - sprawność różniczkowa generacji.



Rys. 3.9.11. Ewolucja widma wyjściowego promieniowania SC dla kilku wartości mocy promieniowania pompującego. Moc pompy wprowadzona do światłowodu ZBLAN: 150 mW (a), 300 mW (b), 680 mW (c) oraz 860 mW (d). Wstawki w prawym górnym rogu pokazują widmo promieniowania wstępnie poszerzone w światłowodzie SMF.

Dla 0.86 W mocy pompującej na wyjściu światłowodu ZBLAN uzyskano 0.66 W mocy średniej w całym spektrum, z 70% sprawnością różniczkową. W paśmie powyżej 1.65 µm, 2.4 µm oraz 3 µm wartość

pomierzonej mocy wynosiła odpowiednio 0.44 W, 0.21 W oraz 0.1 W. Ewolucję widma promieniowania SC dla różnych wartości mocy pompy przedstawiono na Rys. 3.9.11.

Dla mocy pompy 150 mW widmo wyjściowe promieniowania SC, z charakterystycznym pikiem na długości fali pompy (1.55 µm) rozciaga się od ok. 1.4 µm do 1.9 µm (Rys. 3.9.11a). W obrazie tego widma widać również dwa zestawy wstęg bocznych oddalonych symetrycznie o ok. 25 nm od maksimum piku @ 1550 nm. Jest to charakterystyczna sygnatura widmowa dla niestabilności modulacji i początkowej fazy podziału impulsu pompującego na serię solitonów. Zwiąkszenie mocy pompy do 300 mW pociągnęło za sobą poszerzenie widma od ~1  $\mu$ m do 3  $\mu$ m (Rys. 3.9.11b). Dla maksymalnej zastosowanej mocy pompy 860 mW wyjściowe widmo promieniowania SC pokrywało pasmo od ~0.9 μm do 3.6 μm, tym samym stanowiąc pasmo równe 3 oktawom częstotliwości. (Rys. 3.9.11d). Warto również zwrócić tutaj uwagę na wstępne poszerzenie widma w światłowodzie SMF. Z wstawek do każdego z 4 analizowanych przypadków widać, iż widmo to poszerza się wraz ze wzrostem mocy pompy, osiągając (dla maksimum mocy pompy) szerokość przesło 800 nm (od ~1.4 μm do 2.2 μm). 10 dB płaskość charakterystyki widmowej promieniowania S.C. rejestrowana była w przedziale od ~1 do 2.7 µm. Za wstępne poszerzenie widma w światłowodzie SMF odpowiedzialne było zjawisko niestabilności modulacji oraz przesunięcie generowanych solitonów w kierunku fal dłuższych. Z kolei w światłowodzie ZBLAN, dalsze poszerzenie widma w kierunku fal dłuższych wynikało z rozpraszania Ramana, zaś w kierunku fal krótszych - z samomodulacji fazy.

#### Generator SC pompowany impulsowym tulowym wzmacniaczem światłowodowym

Schemat poglądowy generatora SC przedstawiony został na Rys. 3.9.12. Znaczna część tego układu została opisana w poprzedniej sekcji. W stosunku do układu przedstawionego na Rys. 3.9.9, generator został wyposażony w dwa wzmacniacze tulowe, z których to promieniowanie wprowadzane było do światłowodu ZBLAN. Wspomniane tu światłowodowe wzmacniacze tulowe scharakteryzowano w podpunkcie 3.9.2.



Rys. 3.9.12. Schemat blokowy generatora SC.

Zastosowane w układzie generatora SC światłowody domieszkowane jonami Tm<sup>3+</sup> pełniły rolę ośrodka nieliniowego oraz ośrodka wzmacniającego promieniowania w pasmach emisji jodów domieszki czynnej. Promieniowanie generowane przez drugi wzmacniacz tulowy było wprowadzane, za pomocą teleskopu optycznego, do światłowodu ZBLAN (scharakteryzowanego w poprzedniej sekcji) ze sprawnością sprzężenia ~60%. Charakterystyki energetyczne promieniowania SC przedstawiono na Rys. 3.9.13.



Rys. 3.9.13. Wyjściowa moc średnia promieniowania SC w funkcji mocy pompującej wprowadzonej do światłowodu ZBLAN. n - sprawność różniczkowa generacji.

Maksymalna moc wyjściowa generowanego promieniowania SC wynosiła 288 mW, uzyskana przy 790 mW mocy pompującej. Stosując różne filtry krawędziowe oszacowano mocy wyjściową w poszczególnych przedziałach zarejestrowanego widma. Moc wyjściowa pomierzona za filtrami o krawędzi @ 1.65 μm, 2 μm, 2.4 μm, 3 μm, 3.6 μm wynosiła odpowiednio 274 mW, 266 mW, 240 mW, 167 mW oraz 60 mW. Ewolucja widma promieniowania SC dla kilku wybranych poziomów mocy wyjściowej przedstawiona została na Rys. 3.9.14.



Rys. 3.9.14. Widmo promieniowania SC zarejestrowane na wyjściu światłowodu fluorkowego dla kilku wartości mocy wyjściowej. Wstawka w centralnej części rysunku przedstawia widmo promieniowania pomierzone na wyjściu drugiego wzmacniacza tulowego.

Jak widać na Rys. 3.9.14, widmo promieniowania SC rozciąga się od ~0.9  $\mu$ m do 4  $\mu$ m. Cechą charakterystyczną tego widma jest to, że rozpościera się ono głownie w zakresie widmowym średniej podczerwieni ( $\lambda$ >2  $\mu$ m). Na poziomie -25 dB od maksimum piku w okolicy 3.6  $\mu$ m, widmo to pokrywa przedział od ~1.9  $\mu$ m do 3.8  $\mu$ m (oktawa częstotliwości). Widoczne w obrazie widma zagłębienie w

okolicy długości fali 2.7-2.9 μm odpowiada absorpcji na jonach OH obecnych w światłowodzie nieliniowym. Kolejną bardzo charakterystyczną cechą jest fakt, że maksimum sygnału przypada w okolicy 3.7 μm, co pokazuje bardzo dużą efektywność konwersji promieniowania w kierunku fal dłuższych. Odnotowano również rekordową dystrybucję promieniowania w paśmie powyżej 2.4 μm, w którym to zawarte było aż 83% całkowitego sygnału wyjściowego (jest to najlepszy rezultat na świecie). Dalsze poszerzenie widma w kierunku fal dłuższych było trudne - z uwagi na znacznie rosnące straty materiałowe światłowodu ZBLAN wynoszące 100 dB/km @4 μm oraz 1000 dB/km @4.5 μm. Zważywszy na fakt, że światłowód miał długość 20 m, straty materiałowe odgrywały tu istotną rolę. Za poszerzenie zarejestrowanego widma odpowiedzialne było: generacja solitonów, wymuszone (kaskadowe) rozpraszanie Ramana, jak również samomodulacja fazy oraz crossmodulacja fazy, które to dodatkowo wpływały na relatywnie gładką charakterystykę widmową. Niewielka cześć sygnału (14 mW) generowana była w paśmie od ~0.9 μm do 1.6 μm i stanowiła ona zaledwie 5% całkowitego promieniowania wyjściowego. Za poszerzenie widma w kierunku fal krótszych odpowiedzialne było zjawisko generacji fal dyspersyjnych.

# 4. Optoelektroniczne urządzenia i systemy teledetekcyjne

## 4.1 Wstęp

Zespół Laserowej Teledetekcji od wielu lat pracuje w obszarze wykorzystania zjawisk z zakresu fal optycznych do budowy urządzeń i systemów. Obszary zainteresowania to systemy telemetryczne i identyfikacyjne. Zespół opracował wydajne metody kodowania danych w oparciu o półprzewodnikowe lasery impulsowe, umożliwiające przesyłanie dużych ilości danych w krótkim czasie, zwracając szczególną uwagę na parametry czasowe impulsu laserowego i ich stabilność w czasie. Zespół badał możliwości wykorzystania układów retroreflektorowych pokrytych warstwami o sterowanej napięciowo transmisji w systemach identyfikacji. Efektem wymiernym przeprowadzonych prac było między innymi opracowanie rozwiązania systemu ostrzegania przed opromieniowaniem laserowym dla pojedynczego żołnierza z elementami identyfikacji swój-obcy.

Zespół prowadzi prace nad budową układów dalmierczych, umożliwiających śledzenie szybko poruszających się obiektów powietrznych. Problemem w pomiarach odległości do szybko poruszającego się obiektu, są diametralnie inne właściwości celu i warunki pomiaru w stosunku do klasycznego pomiaru odległości. Przede wszystkim punkt do którego wykonywane jest pomiar nie jest punktem stabilnym, a ponadto w czasie pomiaru zmienia się przekrój czynny celu. Zmianie ulegają również same warunki pomiaru (tło, zakłócenia zewnętrzne). Tych wymagań nie są wstanie spełnić klasyczne rozwiązania dalmierzy.

Uzyskano nowe rozwiązania układowe matryc detektorów oraz nowe algorytmy analizy sygnału, określające trajektorię lotu obiektów z napędem rakietowym.

Zespół prowadzi szeroko zakrojone prace z zakresu technologii lidarowych, efektem tych prac są lidary rozproszeniowe, fluorescencyjne, ramanowskie oraz dial. Poniżej w kolejnych podpunktach i w dużym skrócie przedstawione są wyniki prac z lat 2010 – 2013.
# 4.2. Lidar do wykrywania zagrożeń biologicznych

System zapewnia możliwości detekcji i klasyfikacji wykrywanych bio-aerozoli w odległości dochodzącej do kilku kilometrów [P38]. Zasięg detekcji uzależniony jest od aktualnie panujących warunków meteorologicznych oraz pory dnia.

Urządzenie zawiera trzy źródła laserowe, dwa teleskopy odbiorcze, komponent detekcji depolaryzacji oraz wielokanałowy układ detekcji powracającego sygnału. System zainstalowany jest na platformie mechanicznej zapewniającej możliwość automatycznego skanowania określonego sektora przestrzeni. System obsługiwany jest przez dedykowaną aplikację komputerową, pozwalającą na sterowanie pracą lidara, akwizycją, przetwarzaniem i zobrazowaniem zebranych danych pomiarowych. Urządzenie posiada zdolność realizacji następujących typów pomiarów lidarowych:

- fluorescencyjny,
- typu DISC (3 długości fali),
- depolaryzacyjny,
- ramanowski.



Rys. 4.2.1. Lidar do wykrywania zagrożeń biologicznych

Do wzbudzania w badanych aerozolach fluorescencji, w urządzeniu zastosowano dwa lasery generujące w zakresie ultrafioletu, mianowicie długości fali 355 nm oraz 266 nm (odpowiednio trzecia i czwarta harmoniczna lasera Nd:YAG). Promieniowanie emitowane jest z repetycją 20 Hz w postaci krótkich (~6 ns) impulsów. Optyczny układ odbiorczy dla sygnałów emisji fluorescencji składa się z teleskopu typu Newtona o średnicy 250 mm, spektrografu typu Czerny-Turner oraz fotopowielacza 32-kanałowego. W zależności od umieszczonej w spektrografie siatki dyfrakcyjnej (siatki wymienne), uzyskiwana rozdzielczość widmowa wynosić może od 20 nm/kanał do 3 nm/kanał. Trzeci laser zastosowany w systemie generuje w zakresie bliskiej podczerwieni (laser typu OPO,  $\lambda = 1574$  nm). Promieniowanie w tym zakresie widma charakteryzuje się lepszą propagacją w atmosferze i w omawianym systemie służy do wczesnego wykrywania obecności aerozolu (bez stwierdzenia jego biologicznego charakteru) z odległości ponad 10 km. Pomiar ten odbywa się na zasadzie detekcji echa optycznego pochodzącego od rozproszenia elastycznego. Sygnał ten analizowany jest również pod kątem depolaryzacji w celu stwierdzenia obecności w mierzonym aerozolu cząstek sferycznych [RMP37].

# 4.3. Profilometr reflektancyjny

Profilometr reflektancyjny jest urządzeniem optoelektronicznym bazującym na technice teledetekcji laserowej [P31, P34]. Podstawową jego funkcją jest określanie rzeźby oraz pokrycia terenu wzbogacone o identyfikację i analizę własności fizyko-chemicznych elementów powierzchni, charakteryzujące się wysoką rozdzielczością przestrzenną. Opracowana głowica przeznaczona jest do zastosowań na bezzałogowych platformach latających.



Rys.4.3.1 Konstrukcja profilometru



Rys. 4.3.2. Bezzałogowy statek powietrzny - nośnik profilometru.

Podstawę zasady działania profilometru stanowi technika dalmiercza. Znajdując się na pewnej ustalonej wysokości i dokonując serii pomiarów odległości do ustalonej siatki punktów rozmieszczonych na powierzchni ziemi, możliwym jest określenie rzeźby (profilu) terenu. W ten sposób wyznaczony zostaje model DEM (Digital Elevation Model).



Rys. 4.3.3. Idea wielospektralnej techniki dalmierczej

Wykorzystanie w opracowanej głowicy laserowej nie jednej, lecz trzech wybranych długości fali promieniowania (850 nm, 905 nm, 1550 nm), umożliwia dodatkowo dokonanie analizy porównawczej natężenia powracającego sygnału optycznego echa dla poszczególnych długości fal oraz oszacowania ich wzajemnych relacji. Relacje te wynikają wprost ze spektralnych charakterystyk analizowanych substancji, a będąc ich unikatową cechą, stanowią podstawę do identyfikacji.



Rys. 4.3.4. Przykładowe widma reflektancyjnego.

Precyzując parametry pracy układu profilometru należy wyszczególnić, iż porusza się on: ze stałą prędkością v = 60 km/h, na ustalonej wysokości h = 200 m, analizując pas terenu o szerokości D = 231 m. Zdefiniowane powyżej parametry wynikają wprost z wymagań dotyczących konstrukcji systemu w zakresie między innymi rozbieżności wiązek laserowych, kątów widzenia optycznych układów detekcji, czy prędkości skanowania.

Wyniki pomiarów profilometru przedstawione są za pomocą cyfrowego modelu terenu DEM (Digital Elevation Model) oraz pokrycia powierzchni DSM (Digital Surface Model).



Rys. 4.3.5 a) Zdjęcie lotnicze skanowanego terenu, b) zobrazowanie uzyskane przy pomocy profilometru

Cechą charakterystyczną tak skonstruowanego profilometru reflektancyjnego jest możliwość uzyskania unikatowych informacji o analizowanym obszarze, których pomiar lub detekcja nie są możliwe poprzez pomiary termowizyjne lub systemy pracujące w zakresie widzialnym [RMP38]. Zobrazowanie otrzymanych informacji w formacie 3D pozwala na dokładniejszy i bardziej kompleksowy sposób prezentacji modelu analizowanego terenu wraz z jego właściwościami fizykochemicznymi.

## 4.4. System STOPFIRE

STOPFIRE - system przeciwpożarowy i tłumienia wybuchu przeznaczony do wozów bojowych. Zadaniem systemu jest ochrona przedziału załogowego i silnika. System składa się z głowic optycznych, czujek termicznych, centralki zarządzającej pracą systemu oraz systemu gaśniczego. Zadaniem głowic optycznych jest obserwacja przedziału załogowego i reakcja tylko w sytuacji gdy w polu widzenia znajdą się cztery zjawiska: struga kumulacyjna, ciało wysokotemperaturowe, płomień oraz wybuch paliwa. Od momentu wykrycia pożaru do momentu ugaszenia upływa czas ok. 150 ms. Jest to szczególnie istotne w przypadku wybuchu paliwa - tak szybka reakcja systemu tłumi wybuch paliwa w zarzewiu i uniemożliwia wzrost ciśnienia, a zatem daje szansę przeżycia załodze nawet w tak ekstremalnych warunkach. Selekcja opisanych powyżej zjawisk odbywa się na podstawie analizy widma optycznego oraz czasowej ewolucji sygnału.



Rys.4.4.1. Centrala zarządzająca



Rys. 4.4.2. Optyczne głowice detekcyjne



Rys. 4.4.3. Czujka temperaturowa

Główne zalety systemu STOPFIRE to:

- wielospektralna charakterystyka pracy;
- szybki czas odpowiedzi (< 3 msek);
- duże pole widzenia (100° w kierunku poziomym i 100° w kierunku pionowym);
- szeroki zakres temperatur pracy (-40°C ÷ +55 °C);
- duża czułość,
- wysoka niezawodność.

Właściwości systemu predysponują go do zastosowania wszędzie tam, gdzie wymagane jest wysokie prawdopodobieństwo wykrycia powstającego zagrożenia z równoczesną gwarancją bardzo szybkiej reakcji systemu. Jednocześnie system zapewnia znaczną odporność na zakłócenia powodowane przez światło żarówek, lamp fluorescencyjnych z białym reflektorem, lamp wyładowczych, lamp błyskowych oraz promienników podczerwieni. System charakteryzuje się więc wyjątkowo niskim współczynnikiem fałszywych alarmów oraz skutecznością w działaniu w czym przewyższa znane rozwiązania światowe.

# 4.5. Moduł dalmierza laserowego 905 nm

Miniaturowy moduł dalmierzy charakteryzuje się dużą szybkością działania, zasięgiem ok. 3000m i dokładnością 1m. Dzięki zastosowaniu nowatorskich rozwiązań optycznych, mechanicznych i elektronicznych stanowi wykładnik nowej jakości pomiaru odległości. Ze względu na nieduże gabaryty i masę, urządzenie charakteryzuje się bardzo łatwą integracją z innymi układami. Opracowane rozwiązanie znajdzie wiele zastosowań praktycznych w konkretnych zastosowaniach aplikacyjnych w systemach bezpieczeństwa, w obszarze automatyki, robotyce oraz automatycznych systemach pomiarowych.





## Dane techniczne

Parametry pomiarowe:	
- zasieg minimalny	

- zasięg minimalny	- 2 m
- zasieg maksymalny	- 3000 m

- zasięg maksymalny
  dokładność
- dokładność 1 m
   częstotliwość maksymalna 1 Hz

#### Nadajnik:

- typ lasera	- półprzewodnikowy
<ul> <li>długość fali</li> </ul>	- 905 nm
- norma bezpieczeństwa	- 60825-1:2010 (klasa 1)
Gabaryty:	
- wymiary (D x S x W)	90 mm x 49 mm x 71 mm
- masa	- 235 g

# 4.6 Prędkościomierz laserowy

Opracowano urządzenie przeznaczone jest do pomiaru prędkości i odległości w ruchu drogowym, z wykorzystaniem promieniowania laserowego [P47]. Wyznaczenie prędkości poruszającego się obiektu odbywa się na podstawie serii dokonanych pomiarów odległości.



Rys. 4.6.1. Prędkościomierz laserowy

Zastosowanie wiązki promieniowania laserowego pozwoliło wyeliminować największy mankament urządzeń radarowych, jakim jest duża rozbieżność wiązki promieniowania mikrofalowego, a w związku z tym, możliwość błędnego pomiaru prędkości w przypadku, jeśli w polu wiązki znajdzie się więcej niż jeden pojazd. Zastosowana wiązka laserowa ma 40 razy mniejszą rozbieżność niż mikrofalowa. Pomiar laserowy jest jednoznaczny i bardzo precyzyjny.

SPECYFIKACJA TECHNICZNA			
Klasa bezpieczeństwa	1		
Zakres mierzonych prędkości	0 ÷ 250 km/h		
Zakres mierzonych odległości	20 ÷ 999m		
Błąd pomiaru prędkości	±1%		
Czas pomiaru	0.3sek		
Zakres temperatur pracy	-30°C ÷ + 50°C		
Zasilanie (wbudowany akumulator)	7.2 V		

Laserowe urządzenie do pomiaru prędkości pojazdów spełnia klasę bezpieczeństwa 1 zgodnie z normą PN-EN 60825-1:2005. Spełnienie tego warunku wymusiło zastosowanie nadajników laserowych generujących impulsy o niewielkim poziomie mocy i zastosowanie algorytmów detekcji

podszumowej. Zastosowanie oryginalnego algorytmu przetwarzania sygnału umożliwiło uzyskanie dużej precyzji wyznaczenia prędkości przy niskim poziomie emisji mocy nadajnika laserowego.

W porównaniu do urządzeń, które używane są w policji, opracowany miernik laserowy posiada większy zasięg pomiarowy, większą dokładność pomiarów prędkości, jednoznaczną identyfikację mierzonego pojazdu, utrudnioną wykrywalność przez "antyradary", bardzo wysoką odporność na zakłócenia pracy przez inne urządzenia (radary, radiostacje pokładowe i "antyradary").

# 4.7. System identyfikacji swój-obcy

Laserowy system identyfikacji swój-obcy składa się z dwóch elementów: pytającego oraz odpowiadającego [P50]. Funkcje elementu pytającego pełni dalmierz laserowy z algorytmami sterującymi pracą nadajnika laserowego oraz przetwarzania sygnałów echa. Na obiekcie poddawanym identyfikacji znajduje się układ odbiorczy wraz z układem modulacji padającego sygnału optycznego. Zasada działania systemu przedstawiona jest na rysunku poniżej. Dalmierz laserowy wysyła serię impulsów z zakodowanym pytaniem o identyfikację. Układ odbiorczy po analizie odebranego kodu moduluje padające na nie promieniowanie, przesyłając w ten sposób kod identyfikacyjny. Sygnał ten odebrany przez układ detekcyjny dalmierza jest dekodowany, a w torze celowniczym wyświetlany jest wynik identyfikacji. Cechą szczególną systemu jest bardzo krótki czas identyfikacji, kierunkowość systemu związana z modulatorem optycznym, zasięg identyfikacji większy niż zasięg pomiarowy dalmierza. Metoda została opatentowana.



Rys. 4.7.1. Zasada działania systemu identyfikacji (DALSI – dalmierz systemu identyfikacji, SOSI – moduł odbiorczy systemu identyfikacji.

# 4.8. Optoelektroniczne czujniki wybuchu jądrowego

Opracowano rozwiązania optycznych czujników promieniowania kuli ognistej, impulsu elektromagnetycznego i fali uderzeniowej [MW2, RMP34]. W rozwiązaniu układowym zminimalizowano użycie elementów elektronicznych wraz z separacją uzyskiwanej informacji od impulsu elektromagnetycznego. Opracowania detektorów dokonano na podstawie założeń wynikających z analizy właściwości fizycznych czynników rażących, które mogą być generowane w wyniku aktywowania współczesnych środków rażenia. Ogólną koncepcję detekcji czynników rażących w przypadku wybuchu nuklearnego oraz sterowania zaworem przeciwwybuchowym zilustrowano na rys. 4.8.1.





# 4.8.1. Czujnik promieniowania fali ognistej

Czujnik fali ognistej detekuje promieniowanie elektromagnetyczne w zakresie UV, generowane w procesie wybuchu jądrowego. Z uwagi na konieczność detekcji bardzo małych gęstości mocy promieniowania jako detektor promieniowania UV zastosowano fotopowielacz z konwerterem impedancji, na wyjściu którego uzyskuje się sygnał napięciowy proporcjonalny do prądu fotopowielacz. Dodatkowo w układzie odbiorczym zastosowano interferencyjny filtr pasmowy, aby wyeliminować wpływu składowej stałej promieniowania słonecznego. Czujnik wyposażony jest w układ cyfrowego przetwarzania sygnału, który pozwala na odróżnienie sygnatury sygnału generowanego przez eksplozję jądrową od innych, zarówno sztucznych jak i naturalnych źródeł promieniowania. Zaimplementowany własny algorytm analizy sygnału powoduje, że czujka jest bardzo odporna na zakłócenia optyczne i generuje odpowiedź jedynie na sygnał optyczny w przewidzianym zakresie.

## 4.8.2. Czujnik NEMP

Rozważano dwie konstrukcje czujnika impulsu elektromagnetycznego. Pierwsze rozwiązanie wykorzystywało napięcie indukowane na zaciskach anteny do zmiany stanu ciekłego kryształu, przez który przesyłany był sygnał optyczny. Zakłócenie przebiegu sygnału optycznego było identyfikowane jako wystąpienie impulsu EMP. Konstrukcja czujnika impulsu elektromagnetycznego (rys.4.8.2) wykorzystująca własności ciekłego kryształu jest wrażliwa na temperaturę pracy. Wynika to faktu, że czas reakcji domen ciekłego kryształu na przyłożone do jego elektrod napięcie jest bardzo uzależnione od temperatury otoczenia. Aby wyeliminować tę wadę zaproponowano inny układ wykorzystujący diodę LED. Idea działania czujnika polega na detekcji impulsu EMP przez układ antenowy i po przekroczeniu napięcia progowego diody LED wygenerowanie sygnału optycznego, który poprzez światłowód dociera do fotodiody. Sygnał z fotodiody będzie sygnałem wyjściowym czujnika do centrali sterującej, niosącym informację o wystąpieniu impulsu EMP.

W obu rozwiązaniach można zastosować tę samą antenę. Zastosowany układ antenowy będzie decydował o wartości napięcia indukowanego na jego zaciskach wyjściowych w zależności od wartości powstałego pola elektromagnetycznego podczas wybuchu nuklearnego, a tym samym będzie decydował o zasięgu detekcji impulsu EMP.



Rys. 4.8.2 Widok wnętrza czujnika NEMP

# 4.8.3. Czujnik fali uderzeniowej

Biorąc pod uwagę wszystkie wymagania, opracowano i skonstruowano odporny na impuls elektromagnetyczny, czujnik fali uderzeniowej. Pomiar wzrostu ciśnienia w opracowanym czujniku opiera się na ciągłej kontroli ruchu aneroidu. Aneroid jest czujnikiem charakteryzującym się liniowym odkształceniem w funkcji zmian ciśnienia.



Rys. 4.8.3. Czujnik fali uderzeniowej oraz elektroniczny układ toru nadawczo-odbiorczego w izolowanej obudowie.

Posiada on kształt puszki, zlutowanej z dwóch pofalowanych, metalowych, precyzyjnie dobranych przepon. Przetwornik mechano-optyczny jest elementem przekształcającym przesunięcie mechaniczne na odpowiedni użyteczny sygnał. Układ nadawczo-odbiorczy jest układem elektronicznym, składającym się z elementów nadajnika (stabilizator zasilania, generator impulsów, układ formowania impulsów nadawczych, element emitujący promieniowanie świetlne) oraz elementów odbiornika (detektor promieniowania optycznego, wzmacniacz impulsów, układ formowania sygnału wyjściowego). Rzeczywisty wygląd czujnika fali uderzeniowej przedstawia rysunek 4.8.3.

# 5. Zastosowania spektroskopii optycznej w charakterystyce związków chemicznych i biologicznych oraz medycynie

Metody optyczne odgrywają bardzo ważną rolę w wielu dziedzinach nauki: inżynierii materiałowej, biochemii czy medycynie. Ich zaletami jest duża czułość, selektywność, możliwość wykorzystywania różnych źródeł laserowych w zależności od badanego materiału, brak konieczności pobierania próbek a przynajmniej ich specjalnego przygotowania. W ostatnich latach pojawiły się nowe potrzeby wykorzystania instrumentalnych analiz spektroskopii optycznej dającej wynik w czasie rzeczywistym.

Zakres prac prowadzonych w Zakładzie Systemów Optoelektronicznych obejmuje różne dziedziny badań i aplikacji metod i systemów optycznych:

- 1) Wykrywanie zanieczyszczeń typu BSB w powietrzu
- 2) Wykrywanie chemicznych zanieczyszczeń atmosfery,
- 3) Charakterystyka i klasyfikacja biopaliw,
- 4) Fotodiagnostyka
- 5) Wykrywanie wczesnych zmian szkliwa i możliwości wykorzystania metod spektroskopowych w praktyce stomatologicznej.

Pomimo tak odległej specyfiki każdej z wymienionych działalności łączy je zastosowanie metod spektroskopowych oraz konieczność zbudowania czułych, własnych analizatorów.

W swoich pracach zespół wykorzystuje metody optyczne oparte na:

- Absorpcji w zakresie UV-Vis-IR,
- Fluorescencji stało i zmiennoczasowej,
- Fluorescencji wzbudzanej laserowo (LIF)
- Rozpraszaniu cząstek

Przedstawiony w dalszych rozdziałach materiał przedstawia możliwości i ograniczenia zastosowania metod optycznych w interdyscyplinarnych dziedzinach badań, których zainteresowanie jest coraz większe. Osiągnięty poziom techniczny przy budowie min. laserowych analizatorów fluorescencji pozwolił na wykorzystanie metody LIF także w takich dziedzinach jak badania materiałowe, ochrona środowiska, klsyfikacja środków biologicznych.

# 5.1. Zastosowanie spektroskopii optycznej w badaniach symulantów oraz interferentów bojowych środków biologicznie czynnych.

# 5.1.1. Wstęp

W ramach zadania dokonano analizy i interpretacji widm absorpcyjnych, fluorescencyjnych, rozproszeniowych symulantów oraz interferentów bojowych środków biologicznych (BSB). Na podstawie charakterystyk spektralnych otrzymanych metodami optycznymi w różnych zakresach falowych, opracowano bazę danych wymienionych materiałów, co stanowiło nadrzędny cel w ramach realizowanych prac.

Materiały użyte do badań z grupy symulantów obejmowały wybrane gatunki bakterii wegetatywnych, sporów bakteryjnych oraz grzybów. Wymienione potencjalnie zakaźne substancje zostały przygotowane oraz badane pod kontrolą i we współpracy z Wojskowym Instytutem Higieny i Epidemiologii (WIHE) w Warszawie. W grupie interferentów dokonano analizy substancji biologicznych różnego pochodzenia takich jak: białka, pyłki roślin, organiczne składniki żywych organizmów oraz naturalne pyłowe zanieczyszczenia atmosfery. Badane materiały pochodziły od komercyjnych dostawców lub ze zbiorów własnych.

# 5.1.2. Badania i analiza widm absorpcyjnych zakresie UV, VIS i IR.

Rejestrację widm absorpcyjnych w zakresie światła widzialnego (UV-Vis) przeprowadzono na spektrofotometrze Lambda 900. Dla zawiesin substancji biologicznych pomiarów dokonano w kuwecie kwarcowej o drodze optycznej 1cm. W trakcie pomiaru próbki mieszano mieszadłem magnetycznym. Dla substancji stałych, nierozpuszczalnych w rozpuszczalnikach organicznych i nieorganicznych zastosowano technikę odbiciową przy użyciu sfery integrującej.

Pomiarów widm z zakresu podczerwonego (IR) dla wybranych ośrodków biologicznych i interferentów dokonano za pomocą spektrometru furierowskiego FTIR GX Optica firmy Perkin Elmer. Zastosowano zakres odpowiadający średniej podczerwieni 4000-650 cm<sup>-1</sup> oraz rozdzielczość 4 cm<sup>-1</sup>. W zakresie światła podczerwonego opracowano i porównano następujące metodyki pomiarowe do wyznaczania widm IR: - transmisyjną (z użyciem tabletek KBr), - odbiciową (HATR, Horizontal Attenuated Total Reflectance) i dyfuzyjną (DRIFT, Diffuse Reflectance Technique). W każdej grupie pomiarowej przeprowadzono chemometryczną analizę zarejestrowanych widm z zastosowaniem metod statystycznych: analizy składowych głównych (PCA, Principal Component Analysis) oraz analizy hierarchicznych klasterów (HCA, Hierarchical Cluster Analysis). Analizy chemometryczne pokazały możliwość rozróżniania bakterii od innych materiałów na poziomie różnych metodyk pomiarowych. Przykładowa mapa PCA oraz dendrogram HCA przedstawiają poniższe rysunki 5.1.1 i 5.1.2.



Rys. 5.1.1. Mapa PCA ośrodków biologicznych i interferentów w zakresie IR (3050-650 cm-1).



Rys. 5.1.2. Drzewo klasyfikacji grzybów sporządzone dla zakresu pomiarowego (3050-650 cm-1) widma IR

Najodpowiedniejszą metodyką w zakresie podczerwieni, biorąc pod uwagę specyfikę badanych materiałów, okazała się technika odbiciowa HATR-FTIR. Nie wymagała ona specjalnego przygotowania próbek do pomiaru i w związku z tym ograniczono kontakt z substancjami potencjalnie zagrażającymi. Biorąc pod uwagę biologiczną naturę badanych substancji dopracowano

opisaną metodykę pomiarową, nie doprowadzając do nadmiernego wysuszania próbek, pozbywania się wody komórkowej (fizjologicznie obecnej w żywych strukturach) co w konsekwencji mogło doprowadzić do degradacji żywych komórek w trakcie pomiaru i wnosić ryzyko błędu. Wybrano odpowiednie zakresy spektralne do analizy widm, gdzie obecność pasm charakterystycznych jest specyficzna dla określonych rodzajów materiałów. Polepszono w ten sposób możliwość dyskryminacji różnych gatunków substancji biologicznych.

Analiza widm absorpcyjnych w zakresie podczerwieni poparta metodami statystycznymi PCA i HCA okazała się dobrym narzędziem w dyskryminacji symulantów biologicznych od ich środowiskowych interferentów i może znaleźć zastosowanie jako technika wstępnego ostrzegania przed skażeniem biologicznym. Z kolei analiza widm absorpcyjnych w zakresie UV-Vis dawała jedynie ogólny zarys informacji na temat badanego materiału i klasyfikacja materiałów jedynie na tej podstawie może okazać się zbyt dużym nadużyciem.

#### 5.1.3. Badania i analiza charakterystyk rozproszeniowych

Badania charakterystyk fluorescencyjno-rozproszeniowych aerozoli symulantów oraz interferentów zostały przeprowadzone przy użyciu aerodynamicznego spektrometru cząstek (UV-APS, Ultraviolet Aerosol Particle Sizer). Wyznaczono charakterystyki aerozoli: rozkłady średnic aerodynamicznych, poziomy rozproszenia i fluorescencji pojedynczych cząstek. Charakterystyki rozproszeniowe aerozoli z miernika UV-APS uzupełniono o nową technikę badania kątowego rozpraszania światła do oceny kształtu cząstek (ASAS, Aerosol Size and Shape Analysis) przy użyciu analizatora typu ASPECT. Wielkości badanych cząstek zostały potwierdzone za pomocą zdjęć ze skaningowego mikroskopu elektronowego.

Rozkłady cząstek badanych aerozoli uzyskane za pomocą analizatorów ASPECT i UV-APS wykazały wyraźne różnice pomiędzy badanymi aerozolami, jednak ich bezwzględne porównanie nie było możliwe. Zarejestrowane dane z urządzeń UV-APS i ASPECT poddano analizie metodą klasterową, HCA (ang.- Hierarchical Claster Analysis). Generowane aerozole tworzyły układ o bardzo dużej zmienności. Utrzymanie jednakowego stężenia pomiędzy kolejnymi pomiarami nie było możliwe, podobnie rozkład wielkości cząstek nie zawsze był stały w czasie. Mimo dużej dynamiki układu, możliwa była wstępna klasyfikacja badanych próbek za pomocą metody HCA. Przykładowy dendrogram przedstawia poniższy rysunek 5.1.3.



Rys. 5.1.3. Dendrogram uzyskany na podstawie charakterystyk rozproszeniowych z analizatora UVAPS.

Aerozole bakterii wegetatywnych i ich spor należące do różnych grup generowane z roztworów wykazały wyraźne podobieństwo. Brak możliwości dyskryminacji pomiędzy różnymi gatunkami był spowodowany maskowaniem właściwego kształtu i wielkości mikroorganizmu przez ciecz, w której były zawieszone. Dlatego, w celu uzyskania wiarygodnych wyników generowano aerozole z wysuszonego materiału. Uzyskane wyniki pokazały możliwość wstępnej klasyfikacji aerozoli różnego typu symulantów i interferentów przy użyciu technik rozproszeniowych i fluorescencyjnych w kombinacji z analizą statystyczą HCA.

#### 5.1.4. Badania i analiza widm fluorescencyjnych

Badania i analizę własności fluorescencyjnych ośrodków biologicznych i interferentów w zakresie UV, Vis i IR przeprowadzono na spektrofluorymetrze FL 900 firmy Edinburgh Inst. stosując kuwety kwarcowe i zawiesiny w roztworach o gęstości optycznej w zakresie 0,1-0,2. Wdrożono metodę wyznaczania map emisyjno-wzbudzeniowych (EM-EX), która dostarcza informacji o widmach emisji i wzbudzenia w całym zakresie UV-Vis. Badania prowadzono w zakresach wzbudzenia 220-400 nm i emisji 230-550 nm. Na podstawie matryc emisyjno-wzbudzeniowych dokonano analizy statystycznej PCA. Wyniki analizy pozwalają wyciągnąć wnioski iż technika fluorescencyjna w zakresie UV-Vis, na równi z absorpcyjną (FTIR) pozwala na dyskryminację ośrodków biologicznych od interferentów.

Badania z zastosowaniem fluorymetru zostały uzupełnione o widma uzyskane metodą fluorescencji wzbudzanej laserowo przy wzbudzeniu promieniowaniem o długościach fal 266 i 375 nm. Wzbudzenie laserami w zakresie 375 nm daje przewagę w stosunku do fluorymetru w postaci wyższego stosunku sygnału do szumu, co jest ważne dla wyznaczania charakterystyk emisyjnych materiałów słabo fluoryzujących w tym zakresie. Widma podano analizie metodą PCA w celu wyznaczenia najlepszych (z punktu widzenia wstępnej klasyfikacji bakterii) parametrów widma dla układu pomiarowego LIDARa. Dodatkowo wykonano pomiar pyłków przy wzbudzeniu 355 nm w

celu przetestowania elementów systemu odbiorczego LIDARa, a szczególnie skuteczności filtru krawędziowego 355 nm. W układzie spektrometru systemu LIDAR zastosowano trzy rodzaje siatek dyfrakcyjnych. Do pomiaru fluorescencji wykorzystano 28 kanałów fotopowielacza. W celu dobrania optymalnych parametrów spektrometru, przeprowadzono analizę danych fluorescencji wzbudzanej laserowo. Widma zmierzone w układzie laboratoryjnym podzielono na pasma o rozdzielczościach zgodnych z układem pomiarowym systemu LIDAR. Każde pasmo podzielono na 28 kanałów. Dla wszystkich kombinacji pasm przeprowadzono analizę PCA, która wykazała, że do wstępnej klasyfikacji substancji najlepsze jest zastosowanie siatki o rozdzielczości 2,7 nm. Przeprowadzone doświadczenie pozwoliły na wyznaczenie przekształcenia upraszczającego widmo do punktu o dwóch współrzędnych. Przekształcenie widma we współrzędne punktów do klasyfikacji wykonano przy użyciu opracowanego algorytmu klasyfikacji. Położenie punktu na wykresie wzorcowym pozwoliło na wstępną klasyfikację widma, czyli przydzielenie go do odpowiedniej grupy związków. Na podstawie pierwszego etapu klasyfikacji widmo badanej substancji, które po przekształceniu znajdzie się w obszarze X można zaklasyfikować do grupy bakterii z wysokim stopniem prawdopodobieństwa. Natomiast w przypadku, gdy punkt znajdzie się w obszarach Y lub Z, można go zaklasyfikować do grupy prawdopodobnych bakterii. W takiej sytuacji możliwe staje się przeprowadzenie drugiego etapu klasyfikacji, po wykonaniu pomiaru w innym zakresie widmowym. Etapy klasyfikacji w oparciu o analizę PCA przedstawiają rysunki 5.1.4 i 5.1.5.



Rys. 5.1.4. Pierwszy etap klasyfikacji



Rys. 5.1.5. Drugi etap klasyfikacji

#### 5.1.5. Opracowanie bazy charakterystyk spektralnych dla symulantów i interferentów.

Badania materiałów metodami spektroskopii optycznej miały na celu realizację nadrzędnego zadania niniejszej pracy badawczej, którym było opracowanie bazy danych symulantów i interferentów ośrodków biologicznych. Zgromadzony materiał badawczy został opracowany w postaci zbiorczej, w sposób czytelny, pozwalający na porównanie w czasie rzeczywistym analizowanych substancji z tymi, które przebadano w warunkach laboratoryjnych. Wszystkie badane związki ułożono w szeregu alfabetycznym z podziałem na ośrodki biologiczne czynne (symulanty) oraz interferenty środowiskowe. Każdemu materiałowi przypisano charakterystyki spektralne w kolejności: widmo absorpcyjne UV-VIS, widmo absorpcyjne IR, mapa emisyjno-wzbudzeniowa, fluorescencja wzbudzana laserowo. Przykład z opracowanej bazy danych dla bakterii wegetatywnej rodzaju BG przedstawiono na poniższych rysunkach .

Fragment bazy danych: Bacillus atrophaeus var. globigi wegetatywna (BG)



Rys. 5.1.6. Widmo UV-VIS Bacillus atrophaeus var. globigi (BG).



Rys. 5.1.7. Widmo IR Bacillus atrophaeus var. globigi (BG).

Sprawozdanie naukowe Instytutu Optoelektroniki WAT za lata 2010 - 2012



Rys. 5.1.8. Mapa wzbudzeniowo-emisyjna Bacillus atrophaeus var. globigi (BG).



Rys. 5.1.9. Widmo emisyjne Bacillus atrophaeus var. globigi (BG) dla wzbudzenia 266 i 375nm.

## 5.1.6. Podsumowanie:

- Opracowano metodykę pomiaru i charakterystyki spektralne absorpcyjne w zakresie UV-Vis,
- Opracowano metodykę pomiaru i charakterystyki spektralne absorpcyjne w zakresie IR,
- Opracowano metodykę pomiaru i charakterystyki spektralne emisyjne (mapy EEMs, LIF)
- Stworzono spektralną bazę danych BSB oraz interferentów.

# 5.2. Zdalne wykrywanie i identyfikacja wybranych przemysłowych zanieczyszczeń atmosfery.

# 5.2.1. Wstęp

Systemy zdalnej detekcji odgrywają ważną rolę w zakresie monitoringu powietrza. Stosowane są one zarówno przez służby cywilne do monitoringu skażeń przemysłowych jak i wojskowe do detekcji zagrożeń biologicznych i chemicznych. Zaletą systemów stand-off jest możliwość detekcji na dużą odległość bez konieczności zbliżania się do badanego obiektu.

Lidary DIAL (różnicowe) oparte na przestrajalnych laserach CO2 są powszechnie stosowanych systemów monitoringu powietrza. Istotną zaletą laserów CO2 jest możliwość przestrajania w zakresie 9-11 um. W regionie tym powietrze jest stosunkowo przeźroczyste, natomiast liczne związki zanieczyszczenia wykazują charakterystyczne pasma absorpcji. Zasada działania lidara różnicowego oparta jest na analizie obiektu za pomocą dwóch wiązek promieniowania laserowego. Długość fali jednej z nich pokrywa się z pasmem absorpcji poszukiwanej substancji. Druga wiązka przesunięta jest poza pasmo absorpcji związku stanowiąc wiązkę odniesienia.

System detekcji typu DIAL z przestrajalnymi laserami CO<sub>2</sub> został przetestowany pod względem możliwości wykrywania wybranych związków chemicznych, służących jako substraty lub produkty podczas wielu procesów technologicznych. Badania absorpcji przeprowadzono wykorzystując podzespoły systemu DIAL opracowane przez Vojensky Opravarensky Podnik Trencin, a.s. Prevadzkaren Liptovsky Mikulas, Słowacja. W celu porównania widm i rozszerzenia zakresu spektralnego wykonano również porównawcze pomiary spektrometrem absorpcyjnym FTIR.

# 5.2.1. Badania spektroskopowe wybranych związków chemicznych oraz pomiary laserowe ich absorpcji – weryfikacja otrzymanych rezultatów.

## Materiał i metoda

W ramach realizacji projektu wykonane zostały badania spektroskopowe oraz pomiary absorpcji laserowej wybranych czynników, wytypowanych jako najczęstsze zanieczyszczenia atmosfery. Odczynniki chemiczne stosowane w doświadczeniach zestawiono w tabeli 1.1.

# **Pomiary FTIR**

Pomiarów widm absorpcyjnych w podczerwieni dla badanych próbek gazów dokonano przy użyciu spektroskopu fourierowskiego FTIR firmy Perkin Elmer typu GX Optica. Zastosowano zakres pomiarowy w granicach 1200 – 800 cm<sup>-1</sup>, co odpowiada 8.33 – 12.5 μm oraz rozdzielczość równą 2 cm<sup>-1</sup>. Uzyskane widma gazów poddano obróbce za pomocą programu Spectrum (korekcja linii bazowej, operacja wygładzania oraz normalizacja).

W celu uzyskania widm gazowych substancji zastosowano technikę pomiarową w kuwecie o kształcie walca którą umieszczono w komorze pomiarowej spektrometru. W kuwecie umieszczano określoną ilość badanego roztworu. Pomiary dokonywano po odparowaniu cieczy. Droga optyczna wynosiła 100 mm.

W tabeli 5.2.1 przedstawione zostały właściwości i możliwości przeprowadzenia w formę gazu badanych czynników. Nie zostały zarejestrowane widma ze związków w stanie gazowym, które nie parowały.

Lp	Związek chemiczny	Lotność/parowanie
1	Aceton	paruje – zarejestrowano widmo
2	Acetofenon	paruje – zarejestrowano widmo
3	Etanol	paruje – zarejestrowano widmo
4	Eter dietylowy	paruje – zarejestrowano widmo
5	Formamid	paruje – zarejestrowano widmo
6	Glikol etylenowy	nie paruje – zarejestrowano widmo z cieczy
7	Kwas octowy	paruje – zarejestrowano widmo
8	Kwas mrówkowy	paruje – zarejestrowano widmo
9	Nitroetan	paruje – zarejestrowano widmo
10	Metanol	paruje – zarejestrowano widmo
11	Mrówczan amonu	paruje – zarejestrowano widmo
12	THF (Tetrahydrofuran)	paruje – zarejestrowano widmo
13	Aldehyd salicylowy (m-hydroksy benzaldehyd)	nie paruje – brak widma
14	Spirytus skażony glikolem	paruje – zarejestrowano widmo
15	Chlorowodorek hydroksylaminy	nie paruje – brak widma
16	Chlorowodór	paruje – brak widma

Tabela 5.2.1. Badane odczynniki chemiczne

# Widma zarejestrowane techniką FTIR.

Spośród przedstawionych w tabeli 1.1 badanych substancji zarejestrowano czternaście widm. Uzyskane w ten sposób widma ciągłe posłużyły jako punkty referencyjne dla pomiarów absorpcji za pomocą systemu DIAL.

Poniżej zamieszczone zostało przykładowe widmo uzyskane dla par metanolu (Rys. 5.2.1). Rysunek przedstawia zależność transmitancji od długości fali. W podpisie mieszczono opis poszczególnych zakresów widma.



Rys.5.2.1. Metanol. Grupa OH absorbuje silnie przy częstościach 3500-3200 cm-1, drgania zginające CH ~2980 cm-1. Drgania rozciągające CO, deformacyjne OH, deformacyjne CH, 1150-1050 cm-1.

#### Pomiary widm absorpcyjnych systemem DIAL CO<sub>2</sub>

Obok referencyjnych widm FTIR, zarejestrowane zostały pasma absorpcyjne par związków chemicznych za pomocą systemu DIAL. Część nadawczą stanowią dwa przestrajalne impulsowe lasery CO<sub>2</sub> o pobudzeniu poprzecznym i ciśnieniu atmosferycznym (TEA - Transverse Excited Atmospheric). Mogą być one przestrajane w zakresie 9.2-10.7 μm (generacja na 60 liniach CO<sub>2</sub>). Energia impulsu laserowego najsilniejszej linii widmowej wynosi 65 mJ, a rozbieżność wiązki laserowej wynosi ok. 3 mRad.

W celu zarejestrowania widma absorpcji gazu dla wszystkich linii lasera CO<sub>2</sub> analizowane materiały były wprowadzane do kuwety pomiarowej umieszczonej przed wyjściem jednego z laserów (droga optyczna 100 mm) umieszczono zewnętrzny piroelektryczny detektor referencyjny. Pomiaru absorpcji dokonywano kolejno dla każdej linii emisyjnej lasera. Schemat blokowy układu pomiarowego został przedstawiony na rysunku 5.2.2



Rys.5.2.2. Schemat blokowy do laserowych pomiarów absorpcji gazów.

Poniżej przedstawiono przykładowe widmo par metanolu uzyskane za pomocą układu przedstawionego na rysunku 5.2.3.



Rys. 5.2.3. Widmo metanolu.

# 5.3. Badania charakterystyk parametrów wyjściowych laserów (moc, energia, modowość, kształt impulsu) oraz detektorów wraz z zespołami

# 5.3.1. Wyniki badań parametrów wyjściowych laserów

Przebadano dwa przestrajalne impulsowe lasery CO<sub>2</sub> o pobudzeniu poprzecznym i ciśnieniu atmosferycznym (TEA - Transverse Excited Atmospheric), produkcji VOP Trencin.

# Energia impulsów laserów

Energia impulsów wyjściowych laserów została zmierzona przy użyciu miernika Laserstar z głowicą piroelektryczną PE50-BB firmy Ophir (Rys. 5.3.1).



Rys. 5.3.1. Energia impulsów lasera.

# Kształt impulsu lasera (przebieg czasowy)

Kształt impulsu lasera został zmierzony za pomocą oscyloskopu Tektronix i głowicy piroelektrycznej Gentec ED-500. Szerokość połówkowa impulsu wynos 25 ms.

## Modowość lasera

Modowość lasera została określona na podstawie śladów uzyskanych na grafitowej powierzchni. Wiązka lasera została skupiona za pomocą soczewki germanowej. Uzyskany obraz świadczy o wielomodowości wiązki laserowej. Laser generuje w trzech modach poprzecznych. Rozbieżność dla środkowego prążka wynosi 3 mrad.

## Pozostałe parametry lasera

Częstotliwość repetycji lasera przestrajalna w zakresie od 0.5 Hz do 2 Hz. Czas przestrajania lasera wynosi średnio 1 s. Maksymalna energia w impulsie wynosi 65 mJ dla linii 10P20.

# Wyniki badań zespołu detektora

System DIAL oparty jest na detektorze HgCdTe model J15D12 firmy Teledyne Judson Technologies. Powierzchnia aktywna detektora wynosi 1 mm<sup>2</sup> (1mm × 1mm). Kąt widzenia detektora wynosi 60°, natomiast po zastosowaniu odbiorczego układu optycznego kąt widzenia wynosi 5 mrad.

# 5.3.2. Opracowanie, wykonanie i badania układu obróbki elektronicznej wraz z zobrazowaniem wyników pomiarowych

# Opis podstawowych funkcji systemu pomiarowego DIAL

Elektroniczny układ sterowania systemem pomiarowym LIDARA oparty jest na programowalnym podzespole CPLD (XC 95108) oraz 16 Bitowym przetworniku analogowo-cyfrowym ADSP-2181. Widok płytki z elementami przedstawiono na rysunku 5.3.2.



Rys. 5.3.2. Układ obróbki elektronicznej LIDARA.

LIDAR Dial przystosowany jest do pracy w trudnych warunkach, a jego obsługa jest uproszczona do niezbędnego minimum. Informacje o stanie gotowości urządzenia, możliwych do wykonania pomiarów oraz ich wynikach przedstawiane są w przejrzysty sposób na podświetlanym wyświetlaczu LCD, Wszystkie niezbędne funkcje wywoływane są za pomocą 4 przycisków umieszczonych na pulpicie (Rys. 5.3.3).

Lp.	Czynnik	Skrót na wyświetlaczu
1	Metanol	Metanol
2	Kwas mrówkowy	Kw.mrówk
3	Eter dietylowy	Di-EE
4	Tetrahydrofuran	THF
5	Kwas octowy	Kw.octow
6	Etanol	Etanol
7	Mrówczan amonu	Mr.amonu
8	Chlorowodorek hydroksylaminy	Ch.hydro

Tabela 5.3.1. Tabela zaprogramowanych substancji i skróty wyświetlane na ekranie.

Wykrywanie obecności/stężenia danego gazu może odbywać się w trybie pojedynczego pomiaru lub trybie skanowania. Pierwszy z nich służy do szybkiego określenia stężenia/obecności wybranej substancji, zaś w trybie skanowania urządzenie "przemiata" w poszukiwaniu wszystkich zaprogramowanych czynników.





## 5.3.3. Zestawienie i badania laboratoryjne układu lidarowego DIAL;

#### Porównanie wyników pomiarów z systemów DIAL i FTIR

W ramach prowadzanych prac widma uzyskane za pomocą spektrometru FTIR służyły jako materiał referencyjny dla widm absorpcyjnych zarejestrowanych za pomocą układu laserowego.

W celu zobrazowania podobieństw, znormalizowane widma FTIR i DIAL zostały naniesione na jednym wykresie. Zasadniczą różnicą pomiędzy widmami uzyskanymi za pomocą spektrofotometru FTIR i przestrajalnego lasera jest nieciągłość tych drugich wynikająca z charakteru drgań cząsteczek CO<sub>2</sub>. Ponadto zakres promieniowania generowanego przez laser CO<sub>2</sub> jest węższy i wynosi 9.2 – 10.7 μm. Rozbieżności te jednak nie wpływają zasadniczo na samo widmo absorpcyjne. Widma uzyskane za pomocą techniki FTIR i lasera CO<sub>2</sub> cechuje duże podobieństwo, a niektóre z nich niemal idealnie się pokrywają. Wynik taki pokazuje, że wybór układu DIAL opartego na laserze CO<sub>2</sub> był słuszny, a system zdecydowanie nadaje się do wykrywania licznych związków chemicznych w powietrzu.

Poniższe rysunki (Rys. 5.3.4, 5.3.5) przedstawiają nałożone na siebie widma absorpcyjne dla wybranych par związków chemicznych (metanolu i THF) uzyskane za pomocą spektrometru FTIR oraz lidara wyposażonego w dodatkowy detektor. W większości przypadków widma niemal idealnie się pokrywają, chociaż uzyskano je za pomocą różnych technik (pasywnej i aktywnej). W celu wyeliminowania przypadkowych rozbieżności, każdy pomiar był wielokrotnie powtarzany. Opisane różnice są prawdopodobnie związane z widmem lasera CO<sub>2</sub>, którego różnice w energii poszczególnych linii nie są kompensowane.



Rys. 5.3.4. Widmo metanolu



Rys. 5.3.5. Widmo THF

#### Dobór linii absorpcyjnych

Widmo lasera CO<sub>2</sub> tworzy cztery grupy (9P, 9R, 10P, 10R), składające się z linii o różnej energii. Detekcja wybranych czynników za pomocą systemu DIAL oparta jest na różnicy absorpcji promieniowania charakterystycznej dla badanego czynnika. Dla każdego czynnika dobierano dwie długości fali o wyższej ( $\lambda_{ON}$ ) i niższej absorpcji ( $\lambda_{OFF}$ ). W miarę możliwości wybierane były możliwie silne linie laserowe o numerach większych od 10, a mniejszych od 30, co zapewnia większą czułość i powtarzalność pomiarów.

W celu wyeliminowania wpływu czynników atmosferycznych związanych z różnicami absorpcji promieniowania przez cząstki w powietrzu dobierano linie leżące w tej samej lub sąsiedniej grupie. Zrezygnowano z linii 10R20 i 9P28, które są silnie pochłaniane przez wodę zawartą w powietrzu.

Czynnik	λ <sub>οΝ</sub>	$\lambda_{OFF}$
Metanol	9P14	9P30
Kw. mrówkowy	9R28	9P12
Di-EE	9R12	9P14
THF	9R28	9P12
Kw. octowy	10P18	10R26
Etanol	9P16	10R28
Mrowczan amonu	10R8	10R18
Chl Hydroksyl	10R28	10R16

Tabela 5.3.2. Linie lasera CO<sub>2</sub> wybrane do detekcji zanieczyszczeń powietrza.

## 5.3.4. Badania zdalnego układu detekcji



str. 163

Rys. 5.3.6. Widok ogólny demonstratora DIAL.

Zdalny układ detekcji typu DIAL składa się z dwóch przestrajalnych laserów CO<sub>2</sub> oraz detektora (Rys. 5.3.6). W tym układzie stosuje się dwie wiązki laserowe różniące się nieznacznie długością fali. Pierwsza z nich ( $\lambda_{on}$ ) dopasowana jest do linii absorbcji poszukiwanej substancji, podczas gdy druga ( $\lambda_{off}$ ) stanowi wiązkę odniesienia. Jeżeli chmura toksycznych oparów przemysłowych znajdzie się w obszarze penetrowanym przez obie wiązki, pojawi się różnica natężeń obu sygnałów detekowana przez układ odbiorczy. Różnica ta zgodnie z prawem Lamberta-Beera zależy bezpośrednio od koncentracji badanego gazu. Schemat działania lidara typu DIAL przedstawia rysunek 5.3.7.



Rys. 5.3.7. Schemat zdalnego pomiaru zanieczyszczeń powietrza.

Do testowania zdalnego układu detekcji zastosowano czaszę grzejną, w której umieszczono kolbę. Na wskutek podgrzewania odczynnik chemiczny znajdujący się w kolbie ulegał odparowaniu. Opary wydobywające się z kolby znajdowały się na drodze optycznej wiązki lasera, którego promień po odbiciu od przeszkody w drodze powrotnej ponownie przechodził przez chmurę i trafiał do detektora.

Badania zostały przeprowadzone z użyciem metanolu. System detekcji oraz kolba z metanolem znajdowały się w pomieszczeniu laboratorium. Przeszkoda od której odbijało się promieniowanie znajdowała się w odległości 400m. W wyniku badań udało się zaobserwować wzrost stężenia metanolu w powietrzu o rząd wielkości w stosunku do sygnału tła, czyli powietrza przed rozpoczęciem próby.

#### 5.3.5. Badania polowe demonstratora lidarowego w różnych warunkach pogodowych.

W badaniach polowych wykorzystano ten sam system generacji par gazów, jak w przypadku badań laboratoryjnych. Badania były prowadzone w różnych warunkach pogodowych zarówno na powietrzu, jak i w pomieszczeniach zamkniętych. Przeprowadzono próby dla różnych odległości systemu zarówno od źródła gazu jak i od przeszkody odbijającej promieniowanie. Do badań wykorzystano pary metanolu, etanolu, oraz mrówczanu amonu. W celu wytworzenia par ww. ciecze gotowano w kolbie umieszczonej w czaszy grzejnej. W poniższej tabeli przedstawiono wykaz różnych wariantów przeprowadzonych badań.

Przeprowadzono również eksperymenty, podczas których czasza grzejna znajdowała się na zewnątrz. W tym przypadku nie zarejestrowano obecności par badanej substancji za pomocą systemu DIAL. Zastosowana metoda generacji okazała się niewystarczająca dla uzyskania odpowiednio dużego stężenia na powietrzu. Dodatkowym elementem uniemożliwiającym uzyskanie odpowiednio wysokiej koncentracji par był silny wiatr.

Lp.	Opis warunków	Odległość od skażenia	Odległość od przeszkody
1	Słoneczny dzień, temp. 20°C, wilgotność 40%, słaby wiatr	100m	150m
2	Słoneczny dzień, temp. 20°C, wilgotność 40%, słaby wiatr	300m	350m
3	Deszczowy dzień, temp 15°C, wilgotność 65%, słaby wiatr	300m	350m
4	Deszczowa noc, temp 10°C, wilgotność 70%, słaby wiatr	300m	350m
5	Słoneczny dzień, temp. 20°C, wilgotność 45%, silny wiatr	400m	450m
6	Słoneczny dzień, temp. 28°C, wilgotność 30%, silny wiatr	500m	560m
7	Słoneczny dzień, temp. 28°C, wilgotność 30%, silny wiatr	50m	1500m
8	Słoneczny dzień, temp. 22°C, wilgotność 35%, pomieszczenie zamknięte	5m	300m
9	Słoneczny dzień, temp. 22°C, wilgotność 35%, pomieszczenie zamknięte	5m	530m

Tabela 5.3.3. Warianty badań polowych demonstratora

Najlepsze wyniki pomiarów uzyskano podczas wytwarzania par w pomieszczeniu zamkniętym. W poniższej tabeli przedstawiono przykładowe uzyskane wyniki pomiarów.

Tabela 5.3.4	. Rezultaty	pomiarów	polowych
--------------	-------------	----------	----------

Badana substancja	Wyniki	Zdjęcie ekranu systemu DIAL	
Metanol	Tło: 0 g/l Pomiar: 1.5*10⁻ <sup>6</sup> g/l	METANOL           1         1         10         0<	
Etanol	Tło: 0 g/l Pomiar: 3.0*10 <sup>-7</sup> g/l	ETANOL ETANOL CIUI III III III III III III III IIII I	
Mrówczan amonu	Tło: 0 g/l Pomiar: 1.7*10⁻⁵ g/l	MR.AMONU           111 m 10 0 01 00 0000 R           0dle9łość:         512/540 m           Stężenie:         1.718e-5 9/1           Błąd Pomiar         6.000e-6 9/1	

Układ elektroniczny i optyczny systemu DIAL przetestowany została w różnych warunkach pogodowych oraz przy różnych odległościach od miejsca wytwarzania par związków chemicznych. Dużą trudnością okazało się wygenerowanie odpowiednio dużej ilości par. Uzyskanie mierzalnego efektu możliwe było jedynie podczas podgrzewania cieczy w zamkniętym pomieszczeniu, natomiast w warunkach otwartej przestrzeni stężenie było zbyt niskie.

# 5.4. System detekcji śladowych ilości gazów w zakresie podczerwieni

# 5.4.1. Wprowadzenie

Znaczny wzrost zanieczyszczeń atmosfery szkodliwymi dla środowiska gazami będący skutkiem gwałtownego rozwoju przemysłowego oraz coraz bardziej realna groźba wykorzystania przez organizacje terrorystyczne trujących substancji chemicznych do ataku na obiekty użyteczności publicznej i środki transportu zbiorowego spowodowały poszukiwanie szybkich, niezawodnych metod detekcji i identyfikacji śladowych ilości gazów.

W ostatnich latach obserwuje się gwałtowny wzrost zainteresowania optycznymi układami wykrywania i ich aplikacjami w ochronie środowiska, medycynie, technice wojskowej oraz poszukiwaniach ropy naftowej i gazu ziemnego. Rozwój technologii laserów kaskadowych (QCL) na zakres średniej podczerwieni oraz spektroskopowych metodach detekcji, jaki nastąpił w ostatnich latach, umożliwia wykrywanie śladowych ilości gazów oraz par związków chemicznych na poziomie sub-ppb (część na miliard). Przestrajany laser kaskadowy stanowi przełom w rozwoju spekroskopii laserowej LAS (ang. Laser Absorption Spectroscopy). W stosunku do laserów gazowych charakteryzuje się on małymi wymiarami, wysokonapięciowych układów zasilania i nie emituje nie wymaga zakłóceń elektromagnetycznych. Najważniejszą jednak zaletą tego typu lasera jest możliwość emisji impulsów promieniowania IR ze zmianą długości fali w czasie trwania impulsu, pozwalająca na dokładne dostrojenie się do wybranej lini absorpcyjnej gazu leżącej w zakresie przestrajania lasera. Nowoczesne układy detekcji bazujące na połączeniu laserów kaskadowych ze znanymi metodami detekcji gazów umożliwiają osiągnięcie bardzo dużej czułości i selektywności oraz charakteryzują się bardzo dużą szybkością detekcji. Systemy wykrywania gazów zbudowane w oparciu o QCL znajdują coraz szersze zastosowanie w monitoringu środowiska naturalnego, ochronie zdrowia, układach wykrywania niebezpiecznych substancji chemicznych oraz w systemach bezpieczeństwa instalowanych m. in. na lotniskach. Dynamicznie rozwijane są także militarne mobilne systemy detekcji i identyfikacj bojowych środków trujących wykorzystujące lasery kaskadowe.

# 5.4.2. Opis wykonanego systemu

System pomiarowy umożliwiający detekcję śladowych ilości gazów w zakresie podczerwieni został zaprojektowany i wykonany w Instytucie Optoelektroniki Wojskowej Akademii Technicznej. Głównymi elementami systemu są: opracowany i wykonany w Instytucie Technologii Elektronowej laser kaskadowy generujący wiązkę promieniowania *IR* o długości fali 9,4 µm, komórka przejść wielokrotnych AMAC-36 firmy Aerodyne Research Inc. oraz detektor PVI-2TE firmy VIGO System. W skład systemu pomiarowego wchodzą ponadto układ optyczny służący do formowania i kierowania wiązki IR, kontroler temperatury MPT5000 zapewniający właściwą temperaturę struktury lasera kaskadowego, układy zasilania lasera i kontrolera temperatury, komputer PC wraz z oprogramowaniem sterującym pracą systemu pomiarowego i umożliwiającym analizę wyników pomiaru oraz także układ zobrazowania danych. Schemat blokowy systemu detekcji śladowych ilości gazów przedstawiono na rys. 5.4.1, natomiast jego widok na rys.5.4.2.



Rys. 5.4.1. Schemat blokowy systemu detekcji śladowych ilości gazów w zakresie podczerwieni.

Wiązka promieniowania *IR* generowana przez umieszczony w głowicy laser kaskadowy 9,4 µm kierowana jest, poprzez układ optyczny, do komórki przejść wielokrotnych AMAC-36, w której zachodzi absorpcja promieniowania przez wykrywany gaz. Komórka ta jest komórką typu Herriota (rezonatorem pozaosiowym). Wiązka promieniowania w komórce dokonuje 182 przejść pomiędzy lustrami układu optycznego oddalonymi od siebie o 20 cm, natomiast maksymalna długość drogi optycznej wynosi 36 m. Objętość komórki równa jest 0,3 l. Liczbę przejść w komórce AMAC można zmieniać poprzez zmianę odległości pomiędzy lustrami oraz obrót jednego z luster względem osi komórki.



Rys. 5.4.2. Widok systemu detekcji śladowych ilości gazów w zakresie podczerwieni.

Wiązka promieniowania *IR* z komórki przejść wielokrotnych kierowana jest przez układ optyczny systemu do detektora PVI-2TE. Detektor ten jest szybkim detektorem fotowoltaicznym o szerokim zakresie dynamicznym z dwustopniowym termoelektrycznym układem chłodzenia. Sygnał z detektora przesyłany jest do jednopłytowego komputera przemysłowego wyposażonego w procesor P3 1,2 GHz oraz dysk twardy 40 GB. Komputer pracuje pod systemem operacyjnym Windows 2000. Sterowanie laserem kaskadowym umieszczonym w głowicy laserowej oraz akwizycja danych z detektora odbywa się za pośrednictwem karty NI PCI 6111. Zainstalowana w komputerze karta NI PCI 6024 umożliwia pomiar ciśnienia oraz temperatury mieszanki gazów w komórce przejść wielokrotnych.

Obydwie karty wyposażone są w specjalne konektory umożliwiające podłączenie głowicy laserowej, detektora oraz czujnika temperatury i ciśnienia. Do sterowania laserem kaskadowym, akwizycji danych oraz ich analizy wykorzystywane jest oprogramowanie TDL Wintel opracowane przez firmę Aerodyne Research Inc oraz dedykowane oprogramowanie wykonane w trakcie budowy systemu. Wszystkie elementy systemu detekcji śladowych ilości gazów umieszczone są w standardowej kasecie 19´ spełniającej wszystkie wymagania obowiązujących norm militarnych NATO.

# 5.4.3. Wyniki badań systemu

Działanie systemu przedstawiono na przykładzie detekcji amoniaku przeprowadzonej z wykorzystaniem opracowanego w ITE lasera kaskadowego 9,4 µm. Laser generował impulsy promieniowania *IR* o czasie trwania równym 50 ns. W trakcie impulsu przestrajał się on w zakresie 0,78 cm<sup>-1</sup>, od wartości 1046,056 cm<sup>-1</sup> do wartości 1046,836 cm<sup>-1</sup>. Na rys. 5.4.3 przedstawiono widmo absorpcyjne amoniaku w podanym zakresie liczby falowej. Pomiary zostały wykonane dla ciśnienia mieszanki gazów równego 0,1 atm i jej temperatury wynoszącej 18 °C (291 K). Temperatura struktury lasera kaskadowego stabilizowana była na wartości ~ 272,2 K. Jak można zaobserwować na rysunku, w widmie występuje jedno pasmo absorpcyjne, dla którego minimum transmisji położone jest dla wartości liczby falowej równej 1046,4 cm<sup>-1</sup>.



Rys. 5.4.3. Widmo absorpcyjne amoniaku w zakresie liczby falowej od 1046,056 cm<sup>-1</sup> do 1046,836 cm<sup>-1</sup>. Pomiary wykonano dla ciśnienia mieszanki gazów równego 0,1 atm i jej temperatury wynoszącej 18 ° C (291 K).

Stężenie amoniaku w mieszance amoniak-azot, dla widma pokazanego na rys. 5.4.3, wynosiło  $\sim$  1,4 ppm. Należy zaznaczyć, że omawiane pasmo absorpcyjne jest pasmem bardzo silnym, a co z tym się wiąże możliwe jest wykrycie i określenie na jego podstawie bardzo małych stężeń amoniaku.

## Parametry techniczne wykonanego systemu:

liczba falowa lasera:	1046 cm <sup>-1</sup>
długość drogi optycznej:	36 m
czułość:	73 ppb
czas pomiaru:	1s
dokładność:	± 1 ppb

# 5.5. Charakterystyka i klasyfikacja biopaliw z wykorzystaniem metod spektroskopowych

Wprowadzenie do obrotu biopaliw czystych oraz w postaci biokomponentów paliw konwencjonalnych stanowiło wyraz poszukiwań odnawialnych, alternatywnych źródeł energii. Do produkcji biopaliw oraz biokomponentów wykorzystywana jest biomasa, stanowiąca wszystkie substancje pochodzenia roślinnego lub zwierzęcego ulegające biodegradacji. Rodzaje biopaliw zależą od specyfiki danego kraju oraz przyjętej polityki rządu w tym zakresie. Rozróżnia się zasadniczo dwa rodzaje biopaliw:

- w postaci ciekłej (biopaliwa oparte na bioetanolu oraz na bioestrach)
- w postaci gazowej (biogazy oraz etery).

Wraz z rozwojem metod syntezy biopaliw rozwinięto szereg metod analizy ich parametrów. Powszechne w ocenie poszczególnych parametrów jakościowych paliw są metody chromatografii gazowej, skaningowej kalorymetrii różnicowej, spektroskopii FTIR, spekrofotometrii absorpcyjnej, fluorescencji i rezonansu magnetycznego.

Autorzy skupili się na aspekcie wykorzystania metod spektroskopowych do szybkiej analizy i klasyfikacji różnych rodzajów paliw znajdujących się w obrocie detalicznym na terenie Warszawy. Podjęto próbę rozróżnienia rodzajów paliw przy użyciu spektroskopii FTIR oraz technik fluorescencyjnych.

#### 5.5.1. Materiał i metoda

#### Spektroskopia FTIR

Widma paliw płynnych w zakresie średniej podczerwieni (4000-650 cm<sup>-1</sup>, z rozdzielczością 4 cm<sup>-1</sup>) zostały zarejestrowane za pomocą spektrometru furierowskiego FTIR GX Optica firmy Perkin Elmer. Zastosowana została technika wielokrotnego wewnętrznego odbicia – HATR (Horizontal Attenuated Total Reflectance), z wykorzystaniem przystawki odbiciowej i kryształu ZnSe.

#### Fluorescencja stałoczasowa

Widma fluorescencji badanych próbek mierzono przy pomocy spektrofluorymetru FS 900 (Edinburgh Instruments) zaopatrzonego w przystawkę do pomiarów z powierzchni. Szczeliny obu monochromatorów ustawiono na szerokość widma odpowiadającą rozdzielczości 0,75 nm. Długość fali wzbudzenia była mierzona co 5 nm, a emisji co 2 nm. Ślepa próba wykonana została na pustej kuwetce. Wynik ten był odjęty od widm próbki. Matryce fluorescencyjne były normowane do wartości maksymalnej.

#### Fluorescencja czasowo rozdzielcza

Badania charakterystyk zaniku fluorescencji paliw przeprowadzono techniką stroboskopową przy pomocy urządzenia EasyLife firmy Photon Technology International. Fluorescencja wzbudzana była przy pomocy diody impulsowej o długości fali 280 nm. W celu skorygowania charakterystyk wzbudzeniowych i emisyjnych zastosowano filtry optyczne firmy SEMROCK.

## Analiza statystyczna

Analizę statystyczną wykonano z zastosowaniem programu STATISTICA, Statsoft Polska. Do klasyfikacji wykorzystano dwie metody statystyczne: HCA - Hierarchical Claster Analysis oraz PCA – Principal Component Analysis.

#### 5.5.2. Wyniki

Konwencjonalne paliwa pochodzenia naftowego, jak benzyny i oleje napędowe, stanowią mieszaninę węglowodorów wraz z licznymi dodatkami uszlachetniającymi. Badane paliwa jako mieszaniny związków organicznych posiadają charakterystyczne grupy funkcyjne dające odpowiednie pasma w widmie IR, stanowiące podstawę do ich identyfikacji.



Rys. 5.5.1. Analiza instrumentalna i chemometryczna zastosowania spektroskopii FTIR w charakterystyce i klasyfikacji paliw płynnych.

Benzyny pochodzące od różnych dostawców tworzą jedną grupę materiałów (punkty czerwone i niebieskie), z kolei oleje napędowe (kolor punktów- zielony) tworzą odrębną grupę. Powyższą prawidłowość należy interpretować poprzez odmienny skład chemiczny benzyn w porównaniu z ON, co rzutuje z kolei na charakterystyki widmowe. Dodatkowo grupa benzyn wykazuje wewnętrzne różnicowanie, ponieważ badano zarówno benzyny E95 (niebieskie punkty) jak i E98 (czerwone punkty). Na podstawie przebadanego materiału można więc zauważyć możliwość rozróżniania określonych grup materiałów.

Charakterystyki wzbudzeniowo-emisyjne pokazały, iż przebadane paliwa różnią się między sobą zarówno położeniem maksimum emisji jak i kształtem obszarów emisyjnych. W obrębie benzyn 95 zaobserwowano dwa obszary emisyjne. Jeden w zakresie 320-375 nm dla wzbudzenia 300-340 nm oraz drugi, szeroki z wyraźnie zaznaczonymi dwoma pasmami emisji, obecny dla wzbudzenia w zakresie 350-390 nm. Pasma emisyjne dla wyżej wymienionego obszaru wzbudzenia położone są w obszarach 400-420 nm oraz 425-440 nm (Rysunek 5.24).

W grupie benzyn 98 obecność drugiego obszaru emisji była podobna jak w przypadku benzyn 95. Natomiast, pierwsze pasmo emisyjne było charakterystyczne dla poszczególnych rodzajów paliw. Różniło się ono zarówno położeniem maksimum, rozmiarem obszaru, a w przypadku paliwa ze stacji Lotos nie zostało w ogóle zarejestrowane.

W przypadku olejów napędowych zarejestrowane zostały dwa oddzielone od siebie obszary emisji. Pierwszy, podwójny z pasmami 325-335 nm oraz 345-355 nm. Drugi obszar, znacznie intensywniejszy od pierwszego zarejestrowano w zakresie 375-390 nm oraz 400-410 nm (Rys. 5.24).


Rys.5.5.2. Analiza instrumentalna i chemometryczna zastosowania spektroskopii fluorescencji stałoczasowej w charakterystyce i klasyfikacji paliw płynnych.

Znormalizowane krzywe zaniku fluorescencji paliw płynnych, przy wzbudzeniu promieniowaniem o długości fali 280 nm przedstawiono na rysunku 5.25. Badane próbki, w zależności od rodzaju paliwa tworzą trzy oddzielne grupy wyraźnie różniące się czasami zaniku fluorescencji.

Spośród badanych paliw najdłuższe czasy zaniku fluorescencji wykazały oleje napędowe, następnie benzyny 98, a benzyny z grupy 95 - najkrótsze. W grupie benzyn krzywa reprezentująca benzynę 95 pochodzącą ze stacji Statoil, jest identyczna z przebiegami uzyskanymi dla benzyn 98. Z uwagi na brak możliwości uzyskania informacji o jakości poszczególnych partii paliw wszelkie odstępstwa od normy są trudne do zinterpretowania.



Rys. 5.5.3. Analiza instrumentalna i chemometryczna zastosowania spektroskopii fluorescencji czasowo-rozdzielczej w charakterystyce i klasyfikacji paliw płynnych.

Charakterystyki zaniku fluorescencji bioestru i benzyn 95 są niemal identyczne. Jedynie w pierwszych 30-40 ns bioester wykazuje szybszy zanik luminescencji. Wynik taki wskazuje na możliwość odróżnienia bioestru od benzyn, jak również od oleju napędowego na podstawie różnic zaniku fluorescencji w początkowej fazie pomiaru.

# 5.5.3. Podsumowanie

Na podstawie przeprowadzonych badań stwierdzono:

- Technika FTIR pozwala na szybkie oznaczenie obecności poszczególnych związków chemicznych w badanej próbce, charakterystycznych dla niej,
- Połączenie techniki FTIR z analizą statystyczną pozwala na dyskryminację paliw płynnch,
- Charakterystyki wzbudzeniowo-emisyjne nie pozwalają na jednoznaczne rozróżnienie benzyn 95 i 98 pochodzących od różnych dostawców,
- Technika fluorescencji czasowo-rozdzielczej pozwoliła na rozróżnienie paliw z różnych grup pod względem różnych czasów zaniku fluorescencji dla wzbudzenia 280 nm,
- Z pośród zastosowanych metod pomiarowych najlepsze rozróżnienie paliw uzyskano dla metod FTIR oraz fluorescencji czasowo-rozdzielczej,
- Metody spektroskopowe umożliwiają klasyfikację biopaliw z podziałem na letnie i zimowe,
- Metody spektroskopowe umożliwiają klasyfikację biopaliw pod kątem zawartości domieszek innych biopaliw (chrzczenie paliw),
- Na podstawie uzyskanych wyników badań zaprojektowano i zestawiono układ składający się ze źródeł LED 280 i 375 nm oraz dwukanałowego spektrometru CCD. Obecnie prowadzone są prace nad zintegrowaniem modułu fluorescencyjnego i wykonaniem zwartej konstrukcji demonstratora klasyfikatora właściwości użytkowych biopaliw ciekłych.

# 5.6. Analiza i badania charakterystyk fluorescencyjnych (stacjonarnych i czasoworozdzielczych) symulantów i interferentów Bojowych Środków Biologicznych (BSB)

#### 5.6.1. Wstęp

Fluorescencja wzbudzana laserowo (LIF – Laser Induced Fluorescence) należy obecnie do jednej z perspektywicznych metod wykrywania środków biologicznych w czasie rzeczywistym. Klasyczna, dotychczas stosowana technika fluorescencyjna w systemach wykrywania BSB, polega na pomiarach widm emisji (lub wybranych pasm spektralnych).

Dla większości związków biologicznych widma emisji są bardzo podobne, co uniemożliwia ich rozróżnianie. Ważnym parametrem charakteryzującym substancje jest czas życia fluorescencji. Sprzężenie tego parametru z widmami fluorescencji pozwoli na lepsze zróżnicowanie badanych środków biologicznych. Czas życia fluorescencji bio-fluoroforów jest bardzo wrażliwy na ich mikro otoczenie w białku i umożliwia rozróżnianie pomiędzy różnymi cząsteczkami biologicznymi. Podstawowym celem projektu jest wyznaczenie charakterystyk zaniku i obliczenie czasów życia fluorescencji symulantów i interferentów bojowych środków biologicznych (BSB) metodą stroboskopową. Jest to alternatywna, w stosunku do TCSPC (Time Correlated Single Photon Counting), metoda pomiaru w dziedzinie czasu, charakteryzująca się jednak zdecydowanie większą prostotą obsługi układu pomiarowego, małymi gabarytami i możliwościami łatwego transportu.

Źródłem endogennej fluorescencji w komórkach i tkankach biologicznych są aminokwasy aromatyczne, służące do budowy białek, koenzymy, hormony oraz witaminy. Spośród 20 aminokwasów, z których zbudowane są białka, jedynie tryptofan (Trp), tyrozyna (Tyr) i fenyloalanina (Phe) wykazują fluorescencję w obszarze UV. Tryptofan jest uważany za najważniejszy fluorofor białek z uwagi na obecność grupy indolowej, która jest głównym źródłem absorpcji w zakresie UV i emisji.

## 5.6.2. Badania laserowo wzbudzanej fluorescencji materiałów biologicznych

Bardzo ważną rolę w badanach spektroskopowych pełni fluorescencja wzbudzona laserem (LIF – Laser Induced Fluorescence). Wzbudzenie fluorescencji próbek biologicznych przy pomocy źródeł laserowych jest podstawowym narzędziem umożliwiającym zarówno zdalną, jak i *in situ*, detekcję skażeń biologicznych, w czasie rzeczywistym. Technika LIF umożliwia uzyskanie wyższego stosunku sygnału do szumu, w porównaniu ze standardowym fluorymetrem, co skraca czas analizy i obniża próg detekcji. Zastosowanie nowoczesnych laserowych źródeł promieniowania umożliwia budowę kompaktowych, czułych i stosunkowo niedrogich urządzeń, które mają praktyczne zastosowanie w detekcji skażeń biologicznych.

#### 5.6.3. Metodyka badań LIF

Badania LIF wybranych fluoroforów przeprowadzono w specjalnie do tego celu zestawionym układzie laboratoryjnym (rys. 5.6.1). Centralną część stanowi komora pomiarowa, wewnątrz której znajduje się uchwyt na kuwety fluorymetryczne oraz filtr służący do odcinania promieniowania lasera. Do wzbudzenia fluorescencji próbek zastosowano laser generujący promieniowanie o długości fali 266 nm (Nd:YAG z generacją czwartej harmonicznej firmy Intelite) oraz laser 375 nm (laser diodowy GaN (375 nm) firmy Power Technology Inc.). Widmo luminescencji mierzone na powierzchni próbki doprowadzane było do kamery ICCD (Princeton Instruments PIMAX2) za pomocą światłowodu. Kamera wyposażona była w polichromator (ARC SP-2156). Uzyskane widma rejestrowane były za pomocą komputera. W tabeli 5.6.1. zestawione zostały nazwy i skróty nazw badanych próbek. Przedstawione próbki dobrane były spośród proszków biologicznych należących do różnych grup. Zaplanowane w ten sposób eksperymenty umożliwiają sprawdzenie możliwości odróżniania rzeczywistego zagrożenia biologicznego od interferentów takich jak pyłki roślin,

rozpylona mąka czy mleko w proszku. W dalszych etapach badań baza będzie sukcesywnie poszerzana o bakterie i grzyby.

Nazwa	Тур	Skrót	Znaczenie BWA
Tryptofan	aminokwas	Trp	Wzorzec / simulant toksyny
Albumina z jaja kurzego	białko	OVA	Symulant toksyny
Albumina wołowa	białko	BSA	Symulant toksyny
Mleko	mleko	MILK	Interferent
Enterol (S. boulardii)	grzyb	ENT	Interferent
Drożdże piekarnicze (S. cerevisiae)	grzyb	SCER	Interferent
Mąka ziemniaczana	mąka	POTFLO	Interferent
Mąka z pszenicy razowa	mąka	WHMEAL	Interferent
Mąka z pszenicy	mąka	FLOUR	Interferent
Morwa papierówka	pyłek	PAP	Interferent
Bylica trójzębowa	pyłek	ARTT	Interferent
Bylica piołun	pyłek	ARTA	Interferent
Żyto zwyczajne	pyłek	SEC	Interferent
	NazwaTryptofanAlbumina z jaja kurzegoAlbumina wołowaMlekoEnterol (S. boulardii)Drożdże piekarnicze (S. cerevisiae)Mąka ziemniaczanaMąka z pszenicy razowaMąka z pszenicyMorwa papierówkaBylica trójzębowaBylica piołunŻyto zwyczajne	NazwaTypTryptofanaminokwasAlbumina z jaja kurzegobiałkoAlbumina wołowabiałkoMlekomlekoEnterol (S. boulardii)grzybDrożdże piekarnicze (S. cerevisiae)grzybMąka ziemniaczanamąkaMąka z pszenicy razowamąkaMąka z pszenicypyłekBylica trójzębowapyłekBylica piołunpyłekŻyto zwyczajnepyłek	NazwaTypSkrótTryptofanaminokwasTrpAlbumina z jaja kurzegobiałkoOVAAlbumina wołowabiałkoBSAMlekomlekoMILKEnterol (S. boulardii)grzybENTDrożdże piekarnicze (S. cerevisiae)grzybSCERMąka ziemniaczanamąkaPOTFLOMąka z pszenicy razowamąkaFLOURMorwa papierówkapyłekPAPBylica trójzębowapyłekARTTŻyto zwyczajnepyłekSEC

Tabela 5.6.1. Wykaz analizowanych próbek



Rys.5.6.1. Schemat stanowiska pomiarowego do badań widm emisji próbek biologicznych stałych.

Parametry pomiaru dobierane były zależnie od indywidualnych właściwości fluorescencji próbek. W celu zniwelowania szumów, każde zarejestrowane widmo jest wynikiem sumowania stu kolejnych pomiarów. W opisanym układzie fluorescencja mierzona była z powierzchni próbki, dzięki czemu możliwe było zarejestrowanie fluorescencji proszków.

## 5.6.4. Wyniki

Rysunek 5.6.3. przedstawia widma autofluorescencji proszków biologicznych wzbudzonych przy pomocy lasera 375 nm. Pomimo zróżnicowanego składu chemicznego oraz pochodzenia próbki te łączy obecność takich samych fluoroforów jak aminokwasy, białka, flawiny. Uzyskane widma emisyjne wykazują drobne różnice wynikające głównie z proporcji poszczególnych składników. Widma emisyjne badanych pyłków roślin mają podobny kształt i wszystkie z nich wykazują maksimum emisji około 450 nm. ARTT i ARTA należą do tego samego rodzaju dlatego też ich widma LIF są podobne, co je odróżnia od pozostałych pyłków. Wszystkie przedstawione widma pyłków, mąki, grzybów i białek różnią się położeniem maksimum, niemniej jednak wykazują zbliżony spadek w zakresie 450 – 650 nm.



Rys. 5.6.3. Widma LIF wybranych proszków biologicznych wzbudzanych długością fali 375 nm. Strome zbocze widm w rejonie 409 nm jest wynikiem zastosowania filtra.

Dotychczas stosowane były różne metody statystyczne do klasyfikowania materiału biologicznego w oparciu o widma fluorescencji. Analiza skupień (Hierarchical Cluster Analysis) została zaimplementowana do klasyfikacji próbek na podstawie ich widm fluorescencyjnych. Wyniki przedstawione na rysunku 5.6.4. pokazują wyraźny podział badanych próbek na cztery grupy): i) pyłki, ii) tryptofan, BSA, grzyby, iii) mąki, mleko, OVA. W oparciu o diagram HCA wyraźnie widać podobieństwa pomiędzy ARTT i ARTA. Ciekawostkę stanowią OVA i BSA, które są rozmieszczone w oddzielnych klastrach. Wynik taki jest trudny do wyjaśnienia, ponieważ oba białka mają podobną budowę i skład. Różnica ta może być wyjaśniona faktem, że dla obu białek wzbudzenie 375 nm jest daleko poza ich maksimum absorpcji, co niekorzystnie wpływa na jakość uzyskanego widma.

W wyniku analizy widm uzyskanych przy pomocy wzbudzenia laserem 266 nm uzyskano dwa klastry (Wyniki nie zostały pokazane). W pierwszym z nich znalazły się pyłki, natomiast w drugim – pozostałe próbki.



Rys. 5.6.4. Wynik analizy HCA widm uzyskanych przy wzbudzeniu 375 nm.

Rysunek 5.6.5 przedstawia rezultat klasyfikację metodą HCA dla połączonych danych z widm emisyjnych uzyskanych dla wzbudzenia długością fali 266 i 375. Połączone dane umożliwiają lepszy poziom klasyfikacji próbek. W porównaniu ze wzbudzeniem pojedynczą długością fali, uzyskany przy pomocy HCA podział odpowiada rzeczywistej przynależności próbki do określonej grupy. W wyniku analizy wyodrębnione zostały dwa główne klastry. W pierwszym klastrze znalazły się pyłki roślin. Drugi klaster tworzy dwa podklastry: i) Albuminy, Trp ii) mleko, mąki. W każdym z podklastrów znalazł się jeden grzyb.



Rys. 5.6.5. Wynik analizy HCA widm uzyskanych przy wzbudzeniu 266 i 375 nm.

Ważną techniką umożliwiającą szybka analizę próbek biologicznych jest fluorescencja czasowo rozdzielcza z wykorzystaniem metody stroboskopowej. Zaletą tej metody jest prostota układów

pomiarowych, gdzie źródłem wzbudzenia próbek może być np. dioda UV, a detektorem - fotopowielacz. W przeciwieństwie do wcześniej opisywanych pomiarów widm emisji, w pomiarach zaników fluorescencji stosuje się odpowiednie filtry zamiast skomplikowanego monochromatora.

Rysunek 5.6.6 przedstawia charakterystyki zaniku fluorescencji uzyskane dla wzbudzenia 340 nm. Dwie próbki: BSA i SCER wykazują wyraźnie najdłuższe czasy zaniku fluorescencji. Z kolei najkrótszymi czasami aniku charakteryzują się pyłki roślin. Zarejestrowane zostały również charakterystyki zaniku fluoresccencji dla wzbudzenia 280 nm (dane nie zostały pokazane). Przy tej długości fali wzbudzenia obserwowane są również najkrótsze czasy zaników dla pyłków roślinnych, a najdłuższe dla mąki.



Rys. 5.6.6. Charakterystyki zaniku fluorescencji próbek biologicznych uzyskane przy wzbudzeniu 340 nm.

Analiza charakterystyk zaniku fluorescencji przy pomocy metody HCA pokazała, że zadowalające wyniki uzyskiwane są jedynie dla wzbudzenia 280 nm. Jednakże, najlepsze wyniki uzyskane zostały dla połączonych danych spektralnych dla 280 i 340 nm (Rysunek 5.6.7). Dla tych długości fali wzbudzenia, wykres HCA pokazuje wyraźny podział próbek w obrębie trzech grup: i) grzyby, mleko, albuminy, ii) pyłki, iii) mąki, Trp. Połączone dane dla dwóch długości fali znacząco zwiększyły precyzję klasyfikacji próbek, co oznacza, że wzbudzenie za pomocą dwóch długości fali jest korzystnym rozwiązaniem, które może zostać zastosowane w biodetektorach.



Rys. 5.6.7. Wynik analizy HCA charkterystyk zaniku fluorescencji uzyskanych przy wzbudzeniu 280 i 340 nm.

# 5.6.5. Wnioski

Przedstawione dane pokazują, że zarówno dane uzyskane za pomocą fluorescencji stacjonarnej, jak i czasowo-rozdzielczej dają porównywalne wyniki klasyfikacji przy pomocy analizy analiza HCA. Znaczącą poprawę klasyfikacji można uzyskać stosując dwie różne długości fali wzbudzenia. Wstępne wyniki pokazują, że istnieje możliwość szybkiego odróżniania próbek biologicznych na podstawie ich właściwości fluorescencyjnych.

# 5.7. System wykrywania i identyfikacji niebezpiecznych substancji chemicznych

# 5.7.1. Wprowadzenie:

W ostatnich latach obserwowany jest znaczny wzrost zagrożeń związanych z różnorodnymi niebezpiecznymi substancjami chemicznymi. Spowodowany jest on wykorzystaniem w procesach produkcji przemysłowej coraz większej liczby i ilości toksycznych substancji chemicznych, ich składowaniem i transportem. Coraz bardziej realna staje się także groźba wykorzystania do ataku terrorystycznego na obiekty użyteczności publicznej lub środki transportu zbiorowego trujących związków chemicznych, w tym także bojowych środków trujących.

Wykrywanie tego typu zagrożeń wymaga stosowania szybkich, czułych i niezawodnych systemów detekcji. Na przestrzeni kilku ostatnich lat obserwuje się znaczny wzrost zainteresowania optycznymi układami wykrywania. Są one z powodzeniem stosowane do monitorowania zanieczyszczeń atmosfery, w diagnostyce medycznej, w systemach bezpieczeństwa i technice wojskowej. Znaczny postęp w technologii laserów kaskadowych, jaki dokonał się na przestrzeni ostatnich lat, oraz rozwój spektroskopowych metod detekcji, umożliwiają wykrywanie śladowych ilości substancji chemicznych (stężenia na poziomie ppt) oraz ich szybką i jednoznaczną identyfikacje. Opracowanie przestrajanego lasera kaskadowego było swego rodzaju przełomem w spektroskopii laserowej. Główną zaletą tego typu lasera, obok małych wymiarów i niskonapięciowych układów zasilania, jest możliwość jego przestrajania w trakcie emisji promieniowania IR. Dzięki temu możliwe jest dokładne dostrojenie się do wybranego pasma absorpcyjnego wykrywanego związku chemicznego.

Nowoczesne systemy wykrywania i identyfikacji niebezpiecznych substancji chemicznych bazujące na laserach kaskadowych charakteryzują się dużą szybkością wykrywania i dokładnością określenia stężenia substancji. Znajdują coraz szersze zastosowanie w układach bezpieczeństwa instalowanych na lotniskach oraz w mobilnych militarnych środkach detekcji i identyfikacji bojowych środków trujących. Umożliwiają one wykrycie i identyfikację materiałów wybuchowych, toksycznych gazów przemysłowych, bojowych środków trujących, narkotyków oraz wielu innych substancji chemicznych.

# 5.7.2. Opis systemu

System wykrywania i identyfikacji niebezpiecznych substancji chemicznych został opracowany i wykonany we współpracy Instytutu Optoelektroniki Wojskowej Akademii Technicznej oraz firmy AM Technologies Polska. Schemat blokowy systemu przedstawiono na rysunku 5.7.1, natomiast jego widok na rysunku 5.7.2.

System zbudowany jest z układu wykrywania, w skład którego wchodzą: głowica laserowa z laserem kaskadowym, komórka przejść wielokrotnych AMAC-76LW, detektor IR PVMI-4TE oraz tor optyczny. Ponadto w skład systemu wchodzą także układ stresowania i analizy oraz Serwer Rozpoznania Chemicznego.



Rys. 5.7.1. Schemat blokowy systemu wykrywania i identyfikacji niebezpiecznych substancji chemicznych.



Rys. 5.7.2. Widok systemu wykrywania i identyfikacji niebezpiecznych substancji chemicznych.

Wiązka promieniowania IR generowanego przez umieszczony w głowicy laserowej laser kaskadowy kierowana jest, poprzez układ optyczny, do komórki przejść wielokrotnych AMAC-76 LW (o drodze optycznej równej 76 m). W komórce tej zachodzi absorpcja promieniowania przez znajdujące się w niej molekuły wykrywanej substancji. Wiązka wychodząca z komórki kierowana jest do detektora IR. Na skutek tego, iż w trakcie pomiarów laser kaskadowy przestrajany jest w wybranym zakresie długości fali na wyjściu detektora otrzymuje się sygnał odpowiadający widmu transmisyjnemu, w którym występują minima transmisji związane z wykrywaną substancją. Sygnał z detektora przesyłany jest, za pośrednictwem przetwornika A/C, do układu sterowania i analizy. Do układu tego przesyłane są także informacje o ciśnieniu i temperaturze w komórce przejść wielokrotnych. Na podstawie danych pomiarowych i informacji zawartych w bazie danych systemu identyfikowany jest rodzaj substancji oraz jej stężenie w powietrzu. Informacje te są transmitowane, poprzez układ transmisji danych, do Serwera Rozpoznania Chemicznego. Serwer może współpracować z wieloma układami wykrywania (detektorami skażeń), przez co możliwe jest monitorowanie wybranego obszary terenu lub określonych miejsc obiektu.

#### 5.7.3. Wyniki badań

Działanie systemu przedstawiono na przykładzie wykrywania i monitorowania stężenie amoniaku w powietrzu. Amoniak to silnie toksyczny związek oddziaływujący drażniąco na skórę i błony śluzowe. Do wykrycia i identyfikacji substancji wykorzystano pasmo absorpcyjne, którego maksimum absorpcji przypada dla wartości liczby falowej równej 976,346 cm<sup>-1</sup>. Pomiary wykonano przy ciśnieniu w komórce przejść wielokrotnych równym 50 torr oraz temperaturze 300 K. Monitorowano stężenie amoniaku w laboratorium, w którym pracowali ludzie i działał układ wentylacji. Na rysunku 5.7.3. przedstawiono zmiany stężenia amoniaku w pomieszczeniu w funkcji czasu.



Rys. 5.7.3. Zmiany stężenia amoniaku w powietrzu w funkcji czasu.

Jak wynika z danych przedstawionych na rys. 5.7.3. średnie stężenie amoniaku w laboratorium w godzinach 15:00 - 15:25 wynosiło ~ 5 ppb. Następnie stężenia to zmniejszyło się i utrzymywało na poziomie ~ 2,5 ppb. Zmniejszenia stężenia do poziomu ~ 2,5 ppb spowodowany jest faktem opuszczenia laboratorium przez pracowników. Znaczny spadek stężenia w godzinach 15:25 – 15:30 (z ~ 5 ppb do 2,5 ppb) spowodowany jest działaniem układu wentylacji ze zwiększoną wydajnością. Układ ten został wyłączony około godziny 15:30. Na rysunku 4 można zaobserwować krótkotrwałe, znaczne wzrosty stężenia amoniaku rejestrowane przez system detekcji w godzinach 15:05 - 15:29.



Rys. 5.7.4. Zmiany stężenia amoniaku w powietrzu w funkcji czasu w godzinach 15:08 – 15:20.

Spowodowane są one zbliżeniem do czujnika systemu dłoni ludzkich i reakcją systemu na amoniak wydzielany z potu. Dane przedstawione na rysunku 5.7.4. pokazują, iż w zależności od odległości dłoni od czujnika, rejestrowane stężenie amoniaku wzrasta do poziomu od ~ 35 ppb do ~ 200 ppb.

W przypadku zastosowania źródła IR o odpowiedniej długości fali system umożliwia wykrywanie innych substancji chemicznych, takich jak: toksyczne gazy przemysłowe, materiały wybuchowe, narkotyki i bojowe środki trujące.

# 5.8. Wpływ parametrów fizykochemicznych na efektywność reakcji fotodynamicznej z udziałem fotouczulaczy porfirynowych i ich pochodnych w warunkach *in vitro*

#### 5.8.1.Wstęp

Terapia fotodynamiczna jest obiecującą nową metodą diagnozowania i leczenia nowotworów, która została zaakceptowana i jest obecnie stosowana w wielu klinikach. Metoda fotodynamiczna może stać się istotnym narzędziem współczesnej onkologii [B90,B91]. Efektywność reakcji fotodynamicznej zależy m.in. od subkomórkowej lokalizacji fotouczulacza i mechanizmu śmierci komórek nowotworowych (apoptoza, nekroza). Mitochondria to centralne organelle w większości ścieżek apoptozy. Liczne badania potwierdzają, że mitochondria odgrywają ważną rolę w procesie PDT jako cel lokalizacji fotouczulacza. Fotouczulacze porfirynowe ze względu na mitochondrialną lokalizację mogą zapewnić skuteczną eliminację komórek nowotworowych w mechanizmie apoptozy [B92]. Aby zapewnić efektywną reakcję PDT należy opracować optymalne parametry fizykochemiczne reakcji PDT, które to parametry zależą od typu nowotworu oraz typu fotouczulacza. Dane literaturowe wciąż nie dostarczają wystarczających informacji w tej kwestii.

Fotouczulacze porfirynowe zawierające pierścień heterocykliczny w swej strukturze jak PPArg<sub>2</sub> and HpArg<sub>2</sub> są popularnymi związkami między innymi ze względu na łatwość modyfikacji ich struktury. Porfiryny zawierają wspomniany już pierścień heterocykliczny, do którego można przyłączyć różne podstawniki decydujące o jego właściwościach. Z myślą o nowych właściwościach stworzono nową grupę związków będących dwuaminokwasowymi pochodnymi protoporfiryny IX. Arginizacja związków ma na celu polepszenie ich rozpuszczalności w wodzie. Założono natomiast, że przyłączenie aminokwasowych podstawników do pierścienia porfirynowego zwiększy efektywność oddziaływania z receptorami błonowymi komórek nowotworowych, co powinno się przyczynić do ułatwienia wnikania tych związków do wnętrza komórek i skuteczniej zwalczać komórki nowotworowe. Z tego też względu w niniejszej pracy stosowano diargininowe pochodne badanych związków. Sprawdzano także czy nowa pochodna dialaninowa protoporfiryny będzie skuteczniejsza.

Celem pracy było określenie wpływu parametrów fizykochemicznych na efektywność reakcji fotodynamicznej z udziałem fotouczulaczy porfirynowych i ich pochodnych (PPArg<sub>2</sub>, HpArg<sub>2</sub> oraz PP(Ala)<sub>2</sub>Arg<sub>2</sub>) w warunkach *in vitro*.

Materiał biologiczny stanowiły cztery wybrane linie komórek nowotworowych, a mianowicie: linia komórek raka sutka hormonozależna MCF-7, linia komórek raka sutka hormononiezależna MDA-MB231, linia komórek nowotworowych prostaty hormonozależna LNCaP oraz linia komórek raka prostaty hormononiezależna DU-145.

#### 5.8.2. Wpływ PDT na tworzenie kolonii komórek nowotworowych

Celem tej części badań było wytypowanie bezpiecznych (maksymalnych nietoksycznych stężeń fotouczulacza) stężeń fotouczulacza oraz dawek energii do reakcji PDT, które stały się podstawą do oceny zdolności badanych komórek nowotworowych do regeneracji. Badania przeprowadzono za pomocą testu tworzenia kolonii (clonogenic assay).

Przeprowadzone badania pokazały, że już sam fotouczulacz tj. diargininian protoporfiryny IX oddziałuje w ciemności na komórki badanych linii. Co więcej, dla każdej z badanych linii wyznaczono istotne statystycznie stężenie graniczne po przekroczeniu, którego przeżywalność komórek ulegała obniżeniu. Na podstawie otrzymanych wyników wyznaczono największe nietoksyczne istotne stężenia stosowanego fotouczulacza: 4 µg/ml dla MCF-7, 10 µg/ml dla MDA-MB231, 20 µg/ml dla LNCaP oraz 10 µg/ml dla DU-145. Badania wykazały największą wrażliwość komórek hormonozależnej linii raka sutka MCF-7, na działanie samej PPArg<sub>2</sub> spośród pozostałych badanych linii komórkowych w ciemność. Spośród linii komórek prostaty linia LNCaP hormonozależna wykazywała większą istotną statystycznie oporność na działanie PPArg<sub>2</sub> w ciemności w stosunku do linii hormononiezależnej DU-145. Obie linie prostaty okazały się jednocześnie bardziej oporne na działanie PPArg<sub>2</sub> w ciemności niż linia raka sutka MCF-7.

Wyznaczone maksymalne nietoksyczne stężenia fotouczulacza na badanych liniach komórkowych zastosowano w badaniach efektu PDT.

Wykazano także, iż wraz ze wzrostem stężenia fotouczulacza stosowanego w PDT rośnie efektywność ograniczania rozrostu komórek w wyniku efektu fotodynamicznego (przeżywalność komórek nowotworowych ulega obniżeniu). Zauważono także, że wyższe dawki energii skuteczniej ograniczają rozrost komórek nowotworowych. Ponadto pokazano, że niższe stężenie fotouczulacza stosowanego w PDT daje gorsze rezultaty w niszczeniu badanych komórek nowotworowych. Jednakże mając na względzie dobro pacjenta korzystnie jest stosować stężenia nietoksyczne nie powodujące skutków ubocznych związanych z reakcją na światło.

Przeprowadzono badania wpływu niskich dawek energii stosowanych w PDT na przeżywalność komórek tworzących kolonie na przykładzie linii MCF-7, MDA-MB231 oraz DU-145 (Rys.5.8.1)[A55]. Stosowano także maksymalne nietoksyczne stężenia fotouczulacza wyznaczone na każdej z badanych linii (stężenie stałe). We wszystkich przypadkach zaobserwowano istnienie dawki energii, począwszy od której liczba komórek nowotworowych tworzących kolonie rośnie w stosunku do liczby komórek tworzących kolonie próbek kontrolnych. W przypadku linii MCF-7 (PPArg<sub>2</sub> 4 µg/ml) i MDA-MB231 (PPArg<sub>2</sub> 10 µg/ml) były to dawki energii od 0.5 do 3.0 J/cm<sup>2</sup> z maksimum stymulacji wzrostu komórek odpowiednio przy 2.5 J/cm<sup>2</sup> (wzrost liczebności komórek tworzących kolonie do 134 ±9%) oraz przy 1.0 J/cm<sup>2</sup> (wzrost liczebności komórek tworzących kolonie do 135 ±11%). Dla DU-145 począwszy od 0,5 do 2,0 J/cm<sup>2</sup> obserwowano istotny statystycznie wzrost efektu namnażania komórek. Maksimum stymulacji osiągnięto przy 2,0 J/cm<sup>2</sup> (wzrost liczebności komórek tworzących kolonie do 118±7%). Wzrost efektu stymulacji obserwowano w szeregu MCF-7>MDA-MB231>DU-145 (analiza post-hoc wykazała różnice istotne statystycznie między wynikami dla MCF-7 i DU-145). Dla wszystkich badanych linii określono granicę po przekroczeniu której przeżywalność malała (3.0 dla MCF-7, 2.5 dla MDA-MB231 oraz 2.5 J/cm<sup>2</sup> dla DU-145)[A55].



Rys.5.8.1. Wpływ efektu fotodynamicznego z użyciem niskich dawek energii na przeżywalność komórek linii: (-■) MCF-7, (-●-) MDA-MB231 oraz (-▲) DU-145. Komórki inkubowano z fotouczulaczem przez 24h od wysiania w ciemności. Stosowano maksymalne nietoksyczne stężenia fotouczulacza. Dane wyrażone jako średnia ± SD.

Efekt wzrostu liczby komórek tworzących kolonie pod wpływem niskich dawek fotouczulacza był zależny od rodzaju komórki nowotworowej ale występował na wszystkich badanych komórkach. Jest to najprawdopodobniej związane z równowagą red-ox, która w procesie namnażania komórek ulega dużym wahaniom. Dokładne poznanie mechanizmu tego efektu wymaga dalszych badań.

Dobranie odpowiednich parametrów fizykochemicznych pozwalających na skuteczne ograniczenie i zahamowanie rozrostu komórek nowotworowych jest niezwykle istotne w procesie leczenia z zastosowaniem metody fotodynamicznej.

#### 5.8.3. Wpływ PDT na żywotność komórek nowotworowych

Kolejnym etapem pracy było zbadanie wpływu parametrów fizykochemicznych reakcji fotodynamicznej z udziałem fotouczulaczy: PPArg<sub>2</sub>, HpArg<sub>2</sub> i PP(Ala)<sub>2</sub>Arg<sub>2</sub> na żywotność komórek nowotworowych sutka: MCF-7 i MDA-MB231 oraz prostaty: LNCaP i DU-145. W tym celu przeprowadzono badania mające określić cytotoksyczność stężenia samych badanych fotouczulaczy, samej dawki energii oraz efektu reakcji PDT w stosunku do komórek różnych linii nowotworowych w funkcji czasu po zakończeniu naświetlania. Na podstawie wyników wytypowano bezpieczne dawki fotouczulaczy (PPArg<sub>2</sub>, HpArg<sub>2</sub> i PP(Ala)<sub>2</sub>Arg<sub>2</sub>) oraz dawki energii do reakcji PDT, które użyto do zbadania zmiany żywotności badanych komórek pod wpływem PDT w funkcji czasu. Badania przeprowadzono za pomocą testu MTT (ocena cytotoksyczności).

Badania te pokazują, że same fotouczulacze oddziałują już w ciemności na komórki badanych linii (Tabela 5.8.1). Zauważono, iż ich niskie stężenia działają stymulująco na wzrost komórek nowotworowych w stosunku do próbek kontrolnych. W tym przypadku efekt stymulacji jest znacznie wyższy niż efekt zaobserwowany w teście tworzenia kolonii, ze względu na fakt, że gęstość komórek w teście MTT odpowiada gęstości komórek w ich liniowym wzroście. Pokazuje to na ważny aspekt

terapii przeciwnowotworowej a mianowicie optymalizacja parametrów terapii i wczesna profilaktyka przeciwnowotworowa. Wyniki pokazały, że efekt stymulacji zależy stężenia fotouczulacza, typu fotouczulacza, czasu (odpowiada czasowi po zakończeniu naświetlania w eksperymentach PDT) oraz typu linii komórkowej. Średnia żywotność komórek MCF-7 pod wpływem fotouczulaczy była wyższa niż w kontroli w zakresie stężeń 10-60 µg/ml z maksimum stymulacji przy 10 µg/ml. W przypadku linii MDA-MB231 zakres stymulacji wyniósł 10-50 µg/ml z maksimum przy 10 µg/ml, dla LNCaP: zakres stężeń 10-70µg/ml z maksimum 10-20 µg/ml, a dla DU-145 zakres 10-60 µg/ml z maksimum 10µg/ml. Najwyższy średni poziom stymulacji obserwowano na linii LNCaP a najniższy na linii DU-145. Najwyższy poziom stymulacji komórek pod wpływem fotouczulaczy obserwowano: na linii MCF-7 pod wpływem PP(Ala)<sub>2</sub>Arg<sub>2</sub>; na linii MDA-MB231 pod wpływem HpArg<sub>2</sub>; na linii LNCaP pod wpływem PP(Ala)<sub>2</sub>Arg<sub>2</sub> okazał się najmniej toksyczny w ciemności i dlatego jego maksymalne nietoksyczne stężenia na badanych liniach komórkowych były najwyższe, a PPArg<sub>2</sub> był najbardziej toksyczny w ciemności i jego maksymalne nietoksyczne stężenia na badanych liniach komórkowych były najwyższe, a PPArg<sub>2</sub> był najbardziej toksyczny w ciemności i jego maksymalne nietoksyczne stężenia na badanych liniach komórkowych były najwyższe, a PPArg<sub>2</sub> był najbardziej toksyczny w ciemności i jego maksymalne nietoksyczne stężenia na badanych liniach komórkowych były najwyższe, a PPArg<sub>2</sub> był najbardziej toksyczny w ciemności i jego maksymalne nietoksyczne stężenia na badanych liniach komórkowych były najwyższe, a PPArg<sub>2</sub> był najbardziej toksyczny w ciemności i jego maksymalne nietoksyczne stężenia na badanych liniach komórkowych były najwyższe, a PPArg<sub>2</sub> był najbardziej toksyczny w ciemności i jego maksymalne nietoksyczne stężenia na badanych liniach komórkowych były najwyższe, a prokenie hyły najwiesze.

Następnie test MTT posłużył określeniu poziomu cytotoksyczności w wyniku efektu fotodynamicznego z udziałem wyżej wspomnianych fotouczulaczy.

Przeprowadzone badania wykazały, że efekt fotodynamiczny z wykorzystaniem dialaninowej pochodnej protoporfiryny IX PP(Ala)<sub>2</sub>Arg<sub>2</sub> najlepiej obniżał żywotność komórek linii MCF-7, LNCaP oraz DU-145. W przypadku linii MDA-MB231 efekt HpArg<sub>2</sub>-PDT był najskuteczniejszy (Rys.5.8.2). Efekt fotodynamiczny z udziałem PPArg<sub>2</sub> w najmniejszym stopniu obniżał żywotność komórek linii MDA-MB231, LNCaP oraz DU-145. W przypadku linii MCF-7 najsłabszy efekt zaobserwowano pod wpływem HpArg<sub>2</sub>-PDT. W przypadku najwyższych dawek energii tj. 80 i 120 J/cm<sup>2</sup> cytotoksyczność reakcji fotodynamicznej z udziałem badanych fotouczulaczy była najwyższa na wszystkich badanych liniach komórkowych. na liniach MCF-7, MDA-MB231 efekt PDT z udziałem wszystkich badanych fotouczulaczy oraz pod wpływem PP(Ala)<sub>2</sub>Arg<sub>2</sub>-PDT na liniach LNCaP i DU-145 był 100%. 100% cytotoksyczność zaobserwowano także pod wpływem dawek energii 30 i 50 J/cm<sup>2</sup> w reakcji HpArg<sub>2</sub>-PDT [A57,A101].

Wykazano, że w większości badanych przypadków efekt fotodynamiczny z udziałem dialaninowej pochodnej protoporfiryny IX jest skuteczniejszy niż z pozostałymi fotouczulaczami. Świadczy to, że dokonana modyfikacja struktury związki wyjściowego jakim była protoporfiryna IX poprzez przyłączenie dwóch cząsteczek aminokwasu faktycznie zwiększa skuteczność działania w reakcji fotodynamicznej.

Tab. 5.8.1. Wpływ stężenia fotouczulaczy: a - PPArg <sub>2</sub> i b – PP(Ala) <sub>2</sub> Arg <sub>2</sub>	na żywotność komórek
LNCaP w ciemności w funkcji czasu [A57]. Komórki inkubowano z fotouc	zulaczem przez 24h od
wysiania w ciemności. Dane wyrażone jako średnia $\pm$ SD.	

a - LNCaP						
Stężenie PPArg₂ [μg/ml]	8 h żywotność [% kontroli]	24 h żywotność [% kontroli]	48 h żywotność [% kontroli]	120 h żywotność [% kontroli]		
10	109±11*	106±8	103±7	101±11		
20	110±9*	10513	102±12	101±8		
30	110±9*	103±8	102±11	101±6		
40	107±8	103±11	101±11	100±10		
50	104±7	102±7	101±7	100±11		
60	106±6	102±6	101±5	100±5		
70	105±10	102±7	100±7	95±8*		
80	105±±6	100±6	100±7	95±9*		
90	104±7	100±7	100±7	93±6*		
100	101±5	100±8	100±10	87±10*		
110	101±4	100±7	100±7	81±7*		
130	100±8	100±11	96±6	79±9*		
150	100±8	97±5	92±10*	76±7*		
200	98±11	94±10	88±11*	71±9*		
400	96±6	90±9*	86±7*	63±7*		
800	95±6	86±7*	73±10*	56±7*		
1600	90±4*	81±7*	60±6*	44±4*		
* różnice istotne s	statystycznie w stosu	nku do kontroli na po	ziomie <i>P</i> < 0.05			
		b - LNCaP				
Stężenie	8 h	24 h	48 h	120 h		
PP(Ala)₂Arg₂ [µg/ml]	żywotność [% kontroli]	żywotność [% kontroli]	żywotność [% kontroli]	żywotność [% kontroli]		
10	105±6*	108±6*	114±6*	102±5		
20	103±5*	110±7*	111±6*	114±12*		
20	101-0*	107.7*	112 5*	405 1 7*		

[µg/ml]	[% kontroli]	[% kontroli]	[% kontroli]	[% kontroli]
10	105±6*	108±6*	114±6*	102±5
20	103±5*	110±7*	111±6*	114±12*
30	104±6*	107±7*	112±6*	105±7*
40	104±6*	100±5	115±8*	106±5*
50	102±4	102±7	106±6*	100±5
60	102±4	110±7	107±6*	100±3
70	102±4	101±1	105±6*	101±3
80	101±3	105±6	100±6	100±4
90	101±3	106±6	100±6	101±2
100	100±6	101±3	100±7	100±4
110	100±6	100±6	100±6	100±5
130	100±6	100±6	100±6	100±4
150	100±6	100±6	100±6	100±6
200	100±8	100±5	100±6	100±6
400	100±6	100±6	100±4	91±5*
800	100±6	94±3*	88±9*	59±8*
1600	86±8*	70±6*	50±7*	39±6*

#### \*różnice istotne statystycznie w stosunku do kontroli na poziomie P < 0.05</p>



Rys. 5.8.2. Wpływ efektu fotodynamicznego na żywotność komórek z użyciem HpArg<sub>2</sub>:a – MDA-MB231, b - LNCaP w funkcji czasu po zakończeniu naświetlania. Komórki inkubowano z fotouczulaczem przez 24h od wysiania w ciemności. Stosowano maksymalne nietoksyczne stężenia fotouczulaczy w stosunku do każdej z badanych linii komórkowych. Dane wyrażone jako średnia ± SD.

#### 5.8.4. Wpływ PDT na indukcję apoptozy

Jak już wcześniej wspomniano najbardziej efektywne niszczenie komórek nowotworowych zachodzi głównie na drodze apoptozy (pewien odsetek nekrozy jest niezbędny ze względu na intensywną aktywację stanu zapalnego i szybszą indukcję układu immunologicznego). Mitochondria to organelle niezwykle istotne dla życia komórki i miejsce gdzie zbiegają się różne sygnały apoptyczne zarówno zewnątrz- jak i wewnątrz-komórkowe. Z tego względu fotouczulacze lokujące się m.in. w mitochondriach są bardziej wydajne w niszczeniu komórek nowotworowych. Jak dowiedziono fotouczulacze porfirynowe w zależności od warunków mają tendencje do gromadzenia się m.in. w mitochondriach i błonach komórkowych i innych organelli wewnątrzkomórkowych. Z tego też względu ostatnim etapem były badania wpływu parametrów fizykochemicznych reakcji fotodynamicznej na stopień indukcji apoptozy w badanych komórkach nowotworowych, poprzez pomiar zmian transbłonowego potencjału mitochondrialnego – jednego z wczesnych markerów apoptozy.

Zbadano efekt fotodynamiczny z udziałem fotouczulaczy: PPArg<sub>2</sub>, HpArg<sub>2</sub> i PP(Ala)<sub>2</sub>Arg<sub>2</sub> na liniach raka sutka i prostaty w funkcji czasu po zakończeniu naświetlania. Badania przeprowadzono w ustalonych w MTT warunkach: stosowano maksymalne nietoksyczne stężenia fotouczulaczy oraz nietoksyczne dawki energii.

Cytotoksyczność powyżej 70% świadczy o śmierci nekrotycznej jak podaje literatura. Badania MTT pokazały, że najwyższe dawki energii zastosowane w PDT z udziałem PPArg<sub>2</sub>, HpArg<sub>2</sub> oraz PP(Ala)<sub>2</sub>Arg<sub>2</sub> powodują znaczne obniżenie żywotności komórek po naświetlaniu co wskazuje na śmierć komórek głównie w mechanizmie nekrozy. Z tego powodu badania indukcji apoptozy przeprowadzono dla niższych dawek energii. Badania prowadzono w różnych czasach po zakończeniu naświetlania ze względu na kaskadowy charakter apoptozy związany z oddziaływaniem między komórką nieuszkodzoną i uszkodzoną wskutek działania efektu fotodynamicznego.

Ponadto wykazano, iż fotouczulacze w różnym stopniu kumulują się w komórkach, dlatego też efekt fotodynamiczny może nie być zgodny z przewidywaniami [A57]. Również ten fakt przemawia za tym aby indukować śmierć komórek głównie w mechanizmie apoptozy ze względu na wspomniany

już niejednokrotnie efekt propagacji uszkodzenia w komórkach nieuszkodzonych (efektu tego nie obserwuje się w przypadku śmierci nekrotycznej).

Najbardziej intensywne i znaczące zmiany w potencjale zaobserwowano 24 oraz 48 po zakończeniu naświetlania pod wpływem efektu fotodynamicznego z udziałem fotouczulaczy: PPArg<sub>2</sub>, HpArg<sub>2</sub> i PP(Ala)<sub>2</sub>Arg<sub>2</sub> na badanych liniach raka sutka i prostaty. Aby ocenić skuteczność indukcji apoptozy pod wpływem efektu fotodynamicznego z udziałem badanych fotouczulaczy oparto się na wynikach zmiany potencjału oraz zmian żywotności komórek [A57,A101].



Rys.5.8.3. Zmiany potencjału mitochondrialnego ΔΨ<sub>mt</sub> w komórkach LNCaP pod wpływem efektu fotodynamicznego z udziałem fotouczulacza PP(Ala)<sub>2</sub>(Arg)<sub>2</sub> (200 µg/ml) 24h oraz 48h po zakończeniu naświetlania. Po lewej stronie znajdują się zdjęcia (powiększenie x1200) odpowiednio: dla długości fali odpowiadającej barwie zielonej, następnie czerwonej oraz nałożenie obydwu sygnałów. Po prawej stronie znajdują się wykresy intensywności zielonej oraz czerwonej fluorescencji komórek reprezentatywnych.

A- kontrola - komórki nie naświetlane i bez fotouczulacza B- PP(Ala)<sub>2</sub>Arg<sub>2</sub>-PDT 5 J/cm<sup>2</sup> 24h C -PP(Ala)<sub>2</sub>Arg<sub>2</sub>-PDT 10 J/cm<sup>2</sup> 24h D- PP(Ala)<sub>2</sub>Arg<sub>2</sub>-PDT 5 J/cm<sup>2</sup> 48h E- PP(Ala)<sub>2</sub>Arg<sub>2</sub>-PDT 10 J/cm<sup>2</sup> 48h

W przypadku linii MCF-7, 24h po zakończeniu naświetlania zaobserwowano, że efekt fotodynamiczny z udziałem PP(Ala)<sub>2</sub>Arg<sub>2</sub> nieznacznie jest lepszy niż w przypadku pozostałych fotouczulaczy, a dla 48h po zakończeniu naświetlania zdecydowanie lepszy niż dla pozostałych

fotouczulaczy, dlatego też w przypadku linii MCF-7 PP(Ala)<sub>2</sub>Arg<sub>2</sub>-PDT najlepiej generuje zmiany potencjału mitochondrialnego czyli wczesną fazę apoptozy. Dodatkowo przeprowadzone testy MTT wykazały także, że na linii MCF-7 PP(Ala)<sub>2</sub>Arg<sub>2</sub>-PDT najbardziej obniżał żywotność komórek, co potwierdza skuteczność terapii. W przypadku efektów HpArg<sub>2</sub>-PDT oraz PPArg<sub>2</sub>-PDT na podstawie wyników MTT dla 48 i 120h widać, że żywotność komórek zbyt słabo ulega obniżeniu co może świadczyć o zahamowaniu procesu [A101].



- Rys.5.8.4. Zmiany potencjału mitochondrialnego  $\Delta \Psi_{mt}$  w komórkach LNCaP pod wpływem efektu fotodynamicznego z udziałem fotouczulacza HpArg<sub>2</sub> (110 µg/ml) 24h po zakończeniu naświetlania. Po lewej stronie znajdują się zdjęcia (powiększenie x1200) odpowiednio: dla długości fali odpowiadającej barwie zielonej, następnie czerwonej oraz nałożenie obydwu sygnałów. Po prawej stronie znajdują się wykresy intensywności zielonej oraz czerwonej fluorescencji komórek reprezentatywnych.
- A- kontrola komórki nie naświetlane i bez fotouczulacza
- B -HpArg<sub>2</sub>-PDT 5 J/cm<sup>2</sup>
- C -HpArg<sub>2</sub>-PDT 10 J/cm<sup>2</sup>
- D- HpArg<sub>2</sub>-PDT 30 J/cm<sup>2</sup>

Ogólnie można wywnioskować, że na linii MDA-MB231 największe i zarazem dla najszerszego zakresu dawek energii zachodzą zmiany potencjału mitochondrialnego pod wpływem efektu PP(Ala)<sub>2</sub>Arg<sub>2</sub>-PDT. Wyniki testu MTT wykazały największą skuteczność w obniżaniu żywotności komórek MDA-MB231 pod wpływem HpArg<sub>2</sub>-PDT. Jednakże w tym przypadku dla 8 i 24h po zakończeniu naświetlania zaobserwowano znaczące obniżenie żywotności komórek dla dawek energii 10, 30 i 50 J/cm<sup>2</sup>, a na zdjęciach widać mocne uszkodzenie komórek co świadczy o znaczącym udziale nekrozy. Wyniki MTT dla efektu PP(Ala)<sub>2</sub>Arg<sub>2</sub>-PDT dały tylko nieznacznie gorsze rezultaty, ale można wśród nich wytypować dawki energii mogące indukować głównie apoptozę, co może zadecydować o większej skuteczności leczenia na dłuższą metę [A101].

Na linii LNCaP również efekt PP(Ala)<sub>2</sub>Arg<sub>2</sub>-PDT w najszerszym zakresie dawek energii indukuje wyraźne zmiany potencjału mitochondrialnego. Wyniki MTT również wykazały najlepszą skuteczność w obniżaniu żywotności komórek pod wpływem PP(Ala)<sub>2</sub>Arg<sub>2</sub>-PDT. Wyniki pokazują, że żywotność komórek obniża się sukcesywnie a nie gwałtownie z czasem. Jednakże biorąc pod uwagę wyniki zmian potencjału jak i wyniki MTT nie wiele gorsze wyniki można uzyskać także stosując HpArg<sub>2</sub>-PDT i PPArg<sub>2</sub>-PDT w pewnych zakresach dawek energii [A57].

Na linii DU-145 zarówno 24h jak i 48h po zakończeniu naświetlania, efekt fotodynamiczny z udziałem wszystkich badanych fotouczulaczy w niewielkim stopniu indukował zmiany w potencjale błonowym poza wynikami po zastosowaniu 30 i 50 J/cm<sup>2</sup>. Na linii DU-145 jedynie efekt PP(Ala)<sub>2</sub>Arg<sub>2</sub>-PDT i HpArg<sub>2</sub>-PDT po zastosowaniu wyższych dawek energii (30 i 50 J/cm<sup>2</sup>) spowodował znaczące spadki żywotności komórek i zmiany potencjału jest. Biorąc pod uwagę wyniki testu MTT oraz zmian potencjału efekt PP(Ala)<sub>2</sub>Arg<sub>2</sub>-PDT okazał się najskuteczniejszy.

Wykazano, iż aktywacja apoptozy w wyniku PDT jest uzależniona od szeregu czynników jak: czas (Rys. 5.8.1), dawka energii (Rys. 5.8.2), typ fotouczulacza (Rys. 5.8.3)czy rodzaj linii komórkowej (Rys. 5.8.4) [A57,A101].

# 6. Badania w obszarze nanotechnologii.

Prowadzone w Instytucie Optoelektroniki prace badawcze w obszarze nanotechnologii koncentrują się na konkretnych zagadnieniach związanych z zastosowaniami w biotechnologii oraz w technice militarnej. Zespoły prowadzące te badania z reguły uczestniczą w krajowych lub międzynarodowych programach badawczych. Wybrane wyniki badań z tego obszaru przedstawiono w p. 6.1 i 6.2.

# 6.1. Osadzanie warstw węglowych metodami plazmowymi na poliuretanie "ChronoFlex AR/LT", planowanym do zastosowania w programie "Polskie Sztuczne Serce"

# 6.1.1. Wprowadzenie

Sztuczne komory serca typu POLVAD stosowane były w Polsce w 2010 roku w czterech ośrodkach kardiochirurgicznych: w Instytucie Kardiologii w Warszawie, Śląskim Centrum Chorób Serca w Zabrzu, Uniwersytecie Medycznym w Gdańsku i w Szpitalu Uniwersyteckim w Bydgoszczy. Stosowane komory sztucznego serca są urządzeniami pneumatycznymi (rys. 6.1.1a), zaopatrzonymi w dwie sztuczne zastawki. Krwioobieg pacjenta jest izolowany od strefy wysokiego (zmiennego) ciśnienia poprzez membranę złożoną z trzech cienkich folii umieszczonych jedna za drugą (rys. 6.1.1b).





Rys. 6.1.1. a) Widok komory sztucznego serca, b) zobrazowanie zasady pracy sztucznego serca

Wzrost ciśnienia pod membraną powoduje ruch membrany, który wpływa na wytłaczanie krwi do organizmu. Spadek ciśnienia pod membraną powoduje jej ruch w przeciwnym kierunku, co zapewnia napłynięcie krwi z układu żylnego przez zastawkę do komory sztucznego serca. Membrana podlega działaniu trzech czynników przyspieszających zużycie materiału, z którego jest wykonana. W wyniku swojego funkcjonalnego przeznaczenia podlega wielokrotnym przegięciom z częstotliwością pracy serca. Folia pracująca od strony krwi narażona jest na przyspieszoną korozję, gdyż krew jest oksydantem zawierającym rodniki tlenowe. Ponadto, w czasie wymuszonych odkształceń membrany, powierzchnie folii narażone są na wzajemne tarcie, które może doprowadzić do uszkodzeń mechanicznych folii. System trzech folii zwiększa bezpieczeństwo pacjenta, gdyż cieńsze folie poliuretanowe są bardziej odporne na zużycie w wyniku wielokrotnych odkształceń, a ponadto trzy folie dają mniejsze prawdopodobieństwo całkowitej perforacji, niż jedna grubsza folia.

W aktualnych rozwiązaniach sztucznego serca, w celu zmniejszenia współczynnika tarcia pomiędzy foliami, w powierzchnię chropowatą folii jest wcierany sproszkowany grafit. Jednak sproszkowany grafit ma tendencję do zbrylania co zwiększa prawdopodobieństwo perforacji folii. Celem prac wykonanych w ramach realizowanego projektu było wykonanie funkcjonalnych powłok na elastycznych podłożach poliuretanowych typu "ChronoFlex AR/LT". Planowane do wykonania powłoki miały na celu zwiększenie odporności na zużycie materiału poliuretanowego w warunkach oddziaływania zewnętrznych czynników fizycznych i chemicznych. Zakładano, że nastąpi wzrost synergizmu układu podłoże-warstwa, dzięki czemu układ zachowa elastyczność poliuretanowego podłoża, przy jednoczesnym zmniejszeniu powierzchniowego współczynnika tarcia i poprawie odporności na ścieranie. Materiałem z którego zostały wykonane pokrycia był węgiel osadzany różnymi metodami, w różnych warunkach. Miękka faza grafitowa węgla (sp<sup>2</sup>) cechuje się o wiele niższym współczynnikiem tarcia niż poliuretan. Badania zawarte w niniejszej pracy wykazały również, że możliwe jest wytworzenie warstw węglowych posiadających współczynnik tarcia dynamicznego mniejszy niż współczynnik tarcia dynamicznego układu PUG-PUG. Właściwości wytworzonych warstw zależą od zastosowanej metody osadzania, parametrów procesu oraz fazy materiałowej osadzanego materiału.

Docelowymi elementami, na których osadzano warstwy węglowe były membrany sztucznego serca, pracujące w warunkach naprzemiennych odkształceń. Wytworzone warstwy powinny były być, podobnie jak poliuretan, odporne na wielokrotne naprzemienne odkształcania i co najważniejsze, powinny być połączone z podłożem w trwały sposób, wykluczający możliwość delaminacji. Dlatego w prowadzonych badaniach skupiono się na wytwarzaniu warstw połączonych chemicznie z poliuretanowym podłożem. W przypadku polimerowego podłoża warstwy takie nazywane są w literaturze polimeropodobnymi warstwami węglowymi, "polimer like carbon" (P-LC). Warstwy typu P-LC wytwarzane są w dwuetapowym procesie. W pierwszej fazie należy spowodować wytworzenie na powierzchni materiału podłoża wolnych wiązań chemicznych, natomiast w fazie drugiej następuje proces przyłączania atomów wegla lub większych form chemicznych w przypadku osadzania z atmosfery złożonej z gazów reaktywnych (metanu, etanu, acetylenu). Z uwagi na źródło osadzanego materiału wytwarzane warstwy zbudowane są przede wszystkim z węgla, ale w swoim składzie chemicznym posiadają również inne pierwiastki, takie jak: wodór, azot czy tlen. W celu wytworzenia wolnych wiązań w podłożu należy dostarczyć do niego energię. Energię można dostarczać w różnej postaci. W dalszych rozważaniach pominięto energię cieplną, która powoduje zmiany objętościowe całego podłoża. W przypadku wytwarzania powłok typu P-LC skupiono się na takich metodach tworzenia wolnych wiązań, które nie powodują zmian własności w głębi podłoża, czyli na bombardowaniu powierzchni różnymi czynnikami energetycznymi, w tym: jonami (i atomami), elektronami i poddawaniu powierzchni polimeru oddziaływaniu promieniowania elektromagnetycznego (EM) z generatora plazmy typu RF 13.56 MHz.

Uaktywnianie chemiczne powierzchni polimeru może być również samorzutne, gdy jony (atomy) osadzanego materiału mają wystarczająco dużą energię. W przypadku stosowania takich metod osadzania warstw jak PLD i MS z tarczy węglowej, energia cząsteczek jest wystarczająco duża do zrywania wiązań i wytwarzania warstw typu P-LC.

Przy nanoszeniu warstw metodą RF CVD z atmosfery metanu, obdarzone ładunkiem cząsteczki wprawiane są w drgania w polu EM generatora RF 13.56 MHz. Cząsteczki o różnych ładunkach mogą oddalić się od siebie na odległość zwaną promieniem Debye'a, która jest funkcją temperatury i koncentracji plazmy. W przypadku, gdy promień Debye'a jest porównywalny lub większy od odległości pomiędzy elektrodami generatora RF, pomiędzy elektrodami tworzy się pole elektryczne o potencjale mogącym osiągać wartości od kilku do kilkudziesięciu, a nawet kilkuset woltów. W przypadku tak dużego potencjału zjonizowane cząsteczki gazu mogą być przyspieszane do energii rzędu kilkudziesięciu elektronowoltów. Parametry osadzania z atmosfery gazów węglowodorowych decydują o wzajemnych relacjach pomiędzy tworzonymi wiązaniami chemicznymi i szybkością wzrostu warstwy.

Głównym problemem technologicznym przy wytwarzaniu pokryć warstwowych typu P-LC na poliuretanie jest niska temperatura degradacji zastosowanego podłoża, wynosząca ok. 110 °C. Metody fizycznego osadzania węgla z wykorzystaniem plazmy, w szczególności metoda PLD, bazują na przemianie osadzanego materiału z fazy stałociałowej w fazę plazmową o dość dużej energii cząstek.

Poprzez odpowiedni dobór parametrów procesu można dążyć do zmniejszenia energii osadzanego materiału, ale nadal istnieje ryzyko powierzchniowego przegrzania i degradacji podłoża.

Poprzez dobór składu i ciśnienia stosowanej mieszaniny gazów, a także poprzez kontrolę innych parametrów, można uzyskać warstwy spełniające założenia co do składu chemicznego oraz mikrostruktury.

W przypadku nanoszenia warstw metodą RF CVD z atmosfery metanowej w składzie chemicznym wytworzonych warstw występuje głównie węgiel, wodór i tlen oraz w mniejszej ilości azot. W przypadku warstw osadzanych metodą MS zaobserwowano znacznie większy udział azotu. Ponieważ procesy RF CVD i MS prowadzi się przy ciśnieniach rzędu 10<sup>-2</sup> - 10<sup>-3</sup> mbar w komorze eksperymentalnej jest wystarczająco dużo w/w gazów, aby ich atomy mogły zostać wbudowane w warstwę. Na rys. 6.1.2 została przedstawiona absorbancja warstwy osadzonej metodą RF CVD z atmosfery metanowej na podłożu krzemowym. Widać na niej występowanie różnego typu wiązań pierwiastków: H, C, N i O. W przedziale 2850 - 3000 cm<sup>-1</sup>, 1450 - 1470 cm<sup>-1</sup> i 1350 - 1370 cm<sup>-1</sup> występuje odpowiednio absorpcja dla drgań rozciągających, zginających i wahadłowych C-H w CH<sub>2</sub> i CH<sub>3</sub> struktur alifatycznych. Jej duża wartości świadczy o dużej zawartości wodoru w strukturze warstwy. Absorpcja w zakresie 3000 - 3100 cm<sup>-1</sup>, obserwowana dla drgań rozciągających C-H w układzie C=C-H, świadczy z kolei o występowaniu podwójnych wiązań pomiędzy atomami węgla charakterystycznych dla alkenów lub arenów.



Rys. 6.1.2. Absorbancja warstwy osadzonej metodą RF CVD na podłożu z krzemu. Pomiar wykonany metodą odbiciową spektrometrem typu FTIR

Ich obecność potwierdzają także piki w zakresie 1620 - 1680 cm<sup>-1</sup> związane bezpośrednio z drganiami rozciągającymi C=C. Piki absorpcyjne w przedziale 1670 - 1780 cm<sup>-1</sup> oraz 1000 - 1320 cm<sup>-1</sup> związane są odpowiednio z drganiami rozciągającymi grup karbonylowych C=O i C-O. Bardzo ważne jest także szerokie pasmo absorpcji widoczne w zakresie 3100 - 3600 cm<sup>-1</sup>. Jego obecność świadczy o występowaniu drgań rozciągających grup hydroksylowych O-H oraz, z uwagi na obecność azotu w warstwie, także grupy aminowej N-H. Duża szerokość tego pasma świadczy również o występowaniu w strukturze warstwy wiązań wodorowych, co potwierdzają silne właściwości hydrofilowe osadzonych warstw.

# 6.1.2. Stanowisko do osadzania cienkich warstw

Osadzenia zostały przeprowadzone układem do hybrydowego osadzania cienkich warstw metodą PLD (Pulsed Laser Deposition). W skład tego układu wchodzą: dwa lasery ekscymerowe typu LPX 305i firmy Lambda Physik (o parametrach:  $\lambda = 193$ ,  $E_L \le 0.7$  J,  $\tau \sim 15 - 20$  ns,  $f \le 50$  Hz lub  $\lambda = 248$  nm,  $E_L \le 1.2$  J,  $\tau \sim 15 - 20$  ns,  $f \le 50$  Hz), trzycalowy magnetron firmy Kurt J. Lesker (stosowany jako niezależne urządzenie do osadzania warstw, jak również jako urządzenie domieszkujące do nanoszenia warstw gradientowych), generator plazmy typu RF 13.56 MHz firmy ENI, źródło jonów o średnicy 6 cm firmy Veeco oraz układy dozowania następujących gazów: O<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>, Ar i CH<sub>4</sub>. Proces osadzania odbywał się w komorze próżniowej zaopatrzonej w pompę turbomolekularną, która umożliwia osiągnięcie bezolejowej próżni na poziomie ~10<sup>-6</sup> mbar.

#### 6.1.3. Diagnostyki

Topografia powierzchni wytworzonych warstw została zobrazowana przy pomocy mikroskopu sił atomowych (AFM) NanoScope IV firmy Veeco pracującego w modzie bezkontaktowym (ang. TappingMode) z jednoczesnym obrazowaniem fazowym badanej powierzchni. Widma absorpcyjne IR zostały wykonane fourierowskim absorpcyjnym spektrometrem podczerwieni (FTIR) firmy Perkin Elmer. Pomiary warstw osadzonych na krzemie zostały wykonane metodą odbiciową. Podłoża krzemowe zostały zastosowane z uwagi na zbyt dużą grubość podłoży poliuretanowych, które są nieprzezroczyste dla promieniowania podczerwonego, co uniemożliwia szersze zastosowanie techniki FTIR. Analiza składu chemicznego wytworzonych warstw została przeprowadzona przy użyciu spektrometrem fotoelektronów rentgenowskich XPS z analizatorem SCIENTA R3000 i lampa rentgenowską z katodą aluminiową firmy PREVAC. Zmiany położenia charakterystycznych pasm w zarejestrowanym widmie fotoelektronów rentgenowskich, powstałe na skutek indukującego się ładunku powierzchniowego, zostały skorygowane w programie Casa XPS. Zarejestrowane widma były poddane trzykrotnemu wygładzeniu metodą średniokwadratowa (SG Quadratic) z parametrem 5 w programie Casa XPS. Analiza składu chemicznego warstw przeprowadzono z zastosowaniem względnego współczynnika czułości (R.S.F.), odpowiednio 2,93 dla piku O1s, 1,8 dla piku N1s i 1 dla piku C1s oraz z odcięciem tła typu Shirley. Dynamiczny współczynnik tarcia został zmierzony według normy PN-ISO 8295:2005 zmodyfikowanej na potrzeby badań bardzo małych próbek (100 mm<sup>2</sup>). Badania przeprowadzono przy użyciu uniwersalnej maszyny wytrzymałościowej MTS Insight 2 wyposażonej w czujnik siły 10 N oraz przystawkę do pomiaru wartości współczynnika tarcia. Schemat układu przedstawiono na rys. 6.1.3.



Rys. 6.1.3. Schemat stanowiska do pomiaru współczynnika tarcia

Na podgrzewanym stole o temperaturze 36,6 °C (+/- 0,4 °C) został umieszczony materiał referencyjny w postaci paska wykonanego z poliuretanu o szerokości 50 mm i długości 80 mm. Badany materiał o wymiarach 10 x 10 mm był naklejany na sześcian ze stali kwasowej o długości boku 10 mm i masie

7,85 g, co odpowiadało sile docisku 0,076 N. Pod jego obciążeniem był on następnie przesuwany z prędkością 50 mm/min po powierzchni referencyjnej. Dla każdej próbki pomiar został przeprowadzony pięć razy. Wynikiem każdego pomiaru była krzywa obrazująca siłę potrzebną do przesunięcia badanego materiału w funkcji drogi na jaką próbka została przesunięta. Współczynnik tarcia dynamicznego został wyznaczony jako iloraz uśrednionej siły, potrzebnej do przesunięcia badanego materiału sześcianu obciążającego próbkę.

Badania trybologiczne wykonano urządzeniem Micro-Combi-Tester firmy CSM Instruments (Szwajcaria). Testy przeprowadzono na styku płaszczyzna-płaszczyzna. Badanymi próbkami były folie polimerowe PU z nałożonymi na powierzchni powłokami. Przeciwpróbkami były folie PU naklejone na powierzchnie trzpienia o wymiarach ok. 2 x 2 mm. Testy przeprowadzono w ruchu posuwisto- zwrotnym w czterech konfiguracjach:

- tarcie z chropowatą powierzchnią PU pod naciskiem 0,25 MPa,
- tarcie z chropowatą powierzchnią PU pod naciskiem 0,05 MPa,
- tarcie z gładką powierzchnią PU pod naciskiem 0,25 MPa,
- tarcie z gładką powierzchnią PU pod naciskiem 0,05 MPa.

Długość toru tarcia ustalono na 3 mm, a prędkość przesuwania na 15 mm/min. Dla każdego z testów (konfiguracja par materiałowych) przeprowadzono 100 cykli pomiarowych (mierząc zmiany współczynnika tarcia). Dodatkowym wynikiem przeprowadzonych badań była informacja o stopniu delaminacji naniesionych powłok.

## 6.1.4. Eksperyment

Osadzenia warstw węglowych typu P-LC na podłożach poliuretanowych przy użyciu układu do hybrydowego osadzania cienkich warstw metodą laserowej ablacji (HPLD) zostały przeprowadzone z zastosowaniem trzech dostępnych metod: metodą laserowej ablacji PLD z tarczy grafitowej, metodą rozpylania magnetronowego MS z tarczy grafitowej oraz metodą osadzania z fazy gazowej wspomaganej plazmowo, RF CVD, z dwóch atmosfer: metanu i mieszaniny metanu z azotem.

W przeprowadzonych badaniach, jako podłoże, zastosowano poliuretan "ChronoFlex AR/LT" w postaci cienkich folii. Powierzchnie folii z jednej strony były "szkliste" (gładkie), a z drugiej matowe (chropowate). Osadzenia były wykonywane na stronie chropowatej.

Ze względu na niską temperaturę degradacji poliuretanu "ChronoFlex AR/LT" (ok. 110 °C) należało tak dobrać energię cząsteczek nanoszonego materiału, aby nie spowodować degradacji materiału podłoża. Podczas przeprowadzania osadzeń warstw wykorzystano możliwości pracy zestawu do hybrydowego nanoszenia cienkich warstw, który pozwalał na użycie jonów i atomów osadzanego materiału o różnych energiach.

Zasadniczą zmianę energii cząsteczek osadzanego materiału realizowano poprzez zastosowanie różnych metod osadzania. Największą energię posiadały cząsteczki węgla osadzane metodą PLD. Materiał osadzany metodą PLD posiadał temperaturę przy powierzchni podłoża T<sub>e</sub> ~ 2 eV i stopień zjonizowania rzędu 30-50 % [4]. Cząsteczki węgla osadzane metodą MS i PECVD miały temperaturę niższą (T<sub>e</sub> < 1 eV) i tylko śladowe ilości zjonizowanych atomów [5]. Energię osadzanych atomów można zmieniać również poprzez zmianę parametrów zasilania i zmianę ciśnienia gazów reaktywnych w komorze eksperymentalnej. Metodą PLD można nanosić warstwy zarówno w próżni, jak i atmosferach reaktywnych. W próżni p ~10<sup>-6</sup> mbar można nanosić warstwy węglowe, a w atmosferach reaktywnych warstwy z zawartością wodoru, azotu i tlenu. Metodą RF CVD można nanosić warstwy węglowe z reaktywnej atmosfery metanu (również acetylenu) lub mieszaniny metanu i azotu. Osadzanie metodą RF CVD było ukierunkowane na uzyskanie amorficznych, uwodornionych warstw węglowych, określanych w literaturze jako warstwy a-C:H lub a-N:H, gdy w ich strukturze znajduje się azot. Metodą rozpylania magnetronowego z tarczy grafitowej, w przypadku użycia argonu jako gazu roboczego, można osadzać czyste warstwy węglowe.

Stosując mieszaninę argonu i gazów reaktywnych można modyfikować skład chemiczny i fazowy osadzanych warstw. Ważną zaletą metody MS jest możliwość jednorodnego pokrywania większych powierzchni próbek (o średnicy do ok. 3 cali). Metodą RF CVD można stosunkowo łatwo nanosić warstwy na detale przestrzenne o wielkości poliuretanowych membran sztucznego serca. W przypadku przeprowadzonych w pracy badań, szczególnie ważna była możliwość wytworzenia, metodą RF CVD, warstw połączonych z podłożem poprzez wiązania chemiczne.

Zasadniczym celem przeprowadzonych prac eksperymentalnych było znalezienie optymalnych warunków osadzania powłok węglowych (ciśnienie, przepływ gazu i parametry energetyczne plazmy), w których można byłoby otrzymać pożądane powłoki bez negatywnego oddziaływania samego procesu na poliuretanowe podłoże o niskiej temperaturze degradacji.

Przewidywana degradacja mogłaby być skutkiem zarówno bombardowania powierzchni poliuretanu cząsteczkami o dużej energii, jak również rezultatem naświetlania rozproszonym promieniowaniem UV.

W dalszej części niniejszej pracy zostały przedstawione wyniki uzyskane dla wybranych próbek z warstwami osadzonymi metodami RF CVD i rozpylania magnetronowego. Oznaczenia próbek wraz z parametrami procesu osadzania zestawiono w tab. 6.1.1.

Oznaczenie próbki	Metoda osadzania	Moc generatora [W]	Rodzaj i przepływ gazu [cm³/min]	Ciśnienie w komorze [mbar]	Czas osadzania [h. min]
		[ · · · ]	B []	[]	[,]
Próbka I	RF CVD	30	20 CH <sub>4</sub>	$6,5 \pm 0,5 \ge 10^{-2}$	1 h
Próbka J	RF CVD	60	20 CH <sub>4</sub>	$6,5 \pm 0,5 \text{ x}10^{-2}$	2 h
Próbka K	RF CVD	80	20 CH <sub>4</sub>	$6,5 \pm 0,5 \text{ x}10^{-2}$	2 h
Próbka L	RF CVD	60	$20 \ CH_4 \qquad 5 \ N_2$	$6,5 \pm 0,5 \text{ x}10^{-2}$	2 h
Próbka M	RF CVD	90	$20 \ CH_4 \qquad 5 \ N_2$	$6,5 \pm 0,5 \text{ x}10^{-2}$	2 h
Próbka N	MS	100	20 Ar	$5,0\pm0,5\ {\rm x10^{-3}}$	3 h 9 min
Próbka O	MS	100	20 Ar	$5,1\pm0,5\ { m x10^{-2}}$	3 h 18 min
Próbka U	MS	100	30 Ar	$5,0 \pm 0,5 \text{ x} 10^{-2}$	3 h
Próbka P	MS	100	10 Ar	$5,1 \pm 0,5 \text{ x} 10^{-2}$	3 h 2 min
Próbka R	MS	140	20 Ar	$5,1 \pm 0,5 \text{ x} 10^{-2}$	3 h 6 min
Próbka S	RF CVD	60	20 CH <sub>4</sub>	$6,4 \pm 0,5 \text{ x}10^{-2}$	1 h 20 min
Próbka T	RF CVD	60	20 CH <sub>4</sub>	$6,5 \pm 0,5 \text{ x}10^{-2}$	1 h 20 min

Tab. 6.1.1. Zestawienie parametrów eksperymentalnych dla próbek z warstwami osadzonymi metodą RF CVD i MS

#### 6.1.5. Analiza wyników badań

Ze względu na istotne funkcjonalne znaczenie wartości współczynnika tarcia, analizę otrzymanych wyników rozpoczęto od przedstawienia wartości zmierzonych współczynników tarcia warstw osadzonych w różnych warunkach eksperymentalnych. Następnie przedstawiono analizę danych pokazujących wpływ warunków osadzania na morfologię warstw. Analizę ograniczono do warstw osadzonych dwoma metodami: RF CVD i MS. Uznano, że te dwie metody są najlepsze do wytworzenia warstw dla zastosowań funkcjonalnych związanych z Polskim Sztucznym Sercem. Przy nanoszeniu warstw metodą PLD, z plazmy o temperaturze  $T_e \sim 2 eV$ , istnieje duże prawdopodobieństwo przegrzania poliuretanowego podłoża, co może spowodować odwarstwienie się przegrzanego materiału.

Wyniki pomiarów dynamicznego współczynnika tarcia dla próbek zestawionych w tab. 1 zostały przedstawione na rys. 6.1.4. Dodatkowo na rys. 6.1.4 zamieszczono wartości dynamicznego współczynnika tarcia powierzchni "szklistej" i matowej badanego poliuretanu, zmierzone na tym samym materiale odniesienia co dla pozostałych próbek oraz wartości współczynnika tarcia dynamicznego dwóch matowych powierzchni poliuretanu z wtartym pyłem grafitowym (PUG-PUG). Otrzymane wartości współczynników tarcia dynamicznego dla osadzonych warstw mieszczą się w przedziale od 0,5 do 1,2. Na ich wielkość miały wpływ zarówno metoda nanoszenia warstw, jak i zastosowane parametry osadzania. Największą wartość dynamicznego współczynnika tarcia miało podłoże poliuretanowe. Wynosi ona prawie 2,1 dla "szklistej" strony membran i prawie 1,3 dla strony matowej. Przyczyną różnic jest odmienna topografia obydwu powierzchni, rys. 6.1.5.



Rys. 6.1.4. Wartości dynamicznego współczynnika tarcia dla próbek z warstwami osadzonymi metodą RF CVD oraz MS



Rys. 6.1.5. Topografia niezmodyfikowanej powierzchni poliuretanowej membrany; a) zobrazowanie 3D strony szklistej, b) zobrazowanie 3D strony matowej (pomiar AFM)

Dokładniejsza analiza obydwu powierzchni stosowanych podłoży poliuretanowych (rys. 6.1.6) wskazuje na fakt, że powierzchnia "szklista" poliuretanu posiada prawie jednorodną strukturęfazową, natomiast na powierzchni matowej widać wyraźne zróżnicowanie fazowe. Wyrośnięte konglomeraty mają inną strukturę, niż głębiej położona powierzchnia warstwy. Zaobserwowane zróżnicowanie mogło powstać w ostatniej fazie produkcji poliuretanu, np.: w wyniku bezpośredniego kontaktu z powietrzem. Wtarcie w matową stronę membrany grafitowego proszku obniżyło wartość dynamicznego współczynnika tarcia do około 0,9. Wartość ta jest o około 0,4 mniejsza niż dla matowej strony czystej membrany. Najniższy współczynnik tarcia (około 0,5), posiada próbka oznaczona literą "K" z warstwą osadzoną metodą RF CVD z metanu.



Rys. 6.1.6. Zobrazowanie powierzchni czystego poliuretanu typu 2D (z lewej) i mapa fazowa (z prawej); a) strona szklista, b) strona matowa (pomiar AFM)

Z przedstawionych na rys. 6.1.4 pomiarów dynamicznego współczynnika tarcia wynika również, że 50% przebadanych próbek posiada wartość dynamicznego współczynnika tarcia większą niż dla membrany z wtartym grafitowym proszkiem. Nie przekracza on jednak wartości 1,3 wyznaczonej dla matowej strony niezmodyfikowanych membran, co najprawdopodobniej oznacza, że warstwy osadzone na tych próbkach są zbyt cienkie, a o wartości współczynnika tarcia nadal decydują własności podłoża.

Analiza wartości dynamicznego współczynnika tarcia, w powiązaniu z szacowaną grubością warstw osadzonych metodą RF CVD na próbkach od "I" do "M", wskazuje na zmniejszanie się jego wartości wraz ze wzrostem grubości warstw. Największą wartość współczynnika tarcia posiada warstwa osadzona na próbce "I", oszacowana jako najcieńsza. Kolejno, coraz mniejszym współczynnikiem tarcia, charakteryzują się warstwy osadzone na próbkach "M", "J" oraz "L". Najmniejszy współczynniktarcia posiada warstwa osadzona na próbce "K", oszacowana jako najgrubsza. Jej grubość jest szacowana na około 200 nm.



Rys. 6.1.7. Zobrazowania 3D powierzchni próbek z warstwami osadzonymi metodą RF CVD z metanu i mieszaniny metanu z azotem: a) próbka "I", b) próbka "J", c) próbka "K", d) próbka "L" (pomiar AFM)

Na rys. 6.1.7 zostały przedstawione trójwymiarowe zobrazowania (3D) większych obszarów (10 x 10  $\mu$ m<sup>2</sup>) warstw osadzanych metodą RF CVD z atmosfery metanu, rysunki 3.7a, 3.7b i 3.7c przy użyciu trzech różnych mocy generatora RF wynoszących odpowiednio: 30 W, 60 W i 80 W. Na rys. 6.1.7d została przedstawiona topografia typu 3D warstwy osadzanej z atmosfery metanu i azotu (moc generatora RF 60 W). Wszystkie warstwy osadzone metodą RF CVD posiadają rozdrobnioną strukturę, charakterystyczną dla przypadku, gdy energia padających cząsteczek jest porównywalna z energią ich wiązania w osadzanej warstwie. W takim przypadku padające atomy mogą wybijać związane wcześniej atomy powodując powstawanie mikrokraterów. Mogą też powodować rozdrobnienie istniejących już konglomeratów i wpływać na szybkość wzrostu warstwy. Przy jeszcze większych energiach padających cząsteczek, nad procesem wzrostu, zaczyna przeważać proces trawienia jonowego.

Na rys. 6.1.8 zostały przedstawione topografie typu 2D i odpowiadające im mapy fazowe warstw zobrazowanych na rys. 6.1.7, w dziesięciokrotnie większym powiększeniu. W przypadku warstw osadzanych z atmosfery metanu, duże konglomeraty zbudowane są obłych

ziaren o rozmiarach 100 – 300 nm (zależnie od fazy wzrostu).

0

Moc generatora RF była odpowiednio: rys. 6.1.8a – 30W, rys. 6.1.8b – 80 W i rys. 6.1.8c – 60 W i raczej nie wpływała w istotny sposób na proces wzrostu warstw. Wszystkie warstwy osadzane z metanu charakteryzowały się strukturą jednofazową (jeden odcień szarości na mapach fazowych).







1µm



Rys. 6.1.8. Zobrazowanie typu 2D (z lewej) i fazowe (z prawej) powierzchni 1 x 1 um z warstwami osadzonymi metodą RF CVD z metanu i mieszaniny metanu z azotem: a) próbka "I", b) próbka "K", c) próbka "J", d) próbka "L" (pomiar AFM)

Na rys. 6.1.8d została zobrazowana warstwa osadzona z mieszaniny metanu i azotu, przy przepływie metanu 20 m<sup>3</sup>/min i przepływie azotu 5 cm<sup>3</sup>/min, osadzona przy mocy generatora RF równej 60 Wtakiej samej jak warstwa zobrazowana na rys. 6.1.8c. Obydwie warstwy zbudowane są z ziaren o podobnej wielkości, ale warstwa osadzona z mieszaniny metanu i azotu posiada odmienny skład fazowy. Porównując kształt ziaren z rysunku przedstawiającego topografię warstwy typu 2D (rys. 6.1.8d), z odpowiadającą mu mapą fazową widać, że pojedyncze ziarna zbudowane są z dwóch faz materiałowych, najprawdopodobniej a-C:H i a-CN:H. Podobny sposób wbudowywania się fazy mniejszościowej w ziarna zaobserwowano w przypadku hydroksyapatytu domieszkowanego magnezem. Krystality hydroksyapatytu domieszkowane magnezem grupowały się w ziarnach z czystego hydroksyapatytu.



Rys. 6.1.9. Topografie typu 3D powierzchni warstw osadzonych metodą MS z tarczy grafitowej: a) próbka "O", b) próbka "R" (pomiar AFM)



Rys. 6.1.10. Topografia typu 3D powierzchni próbki "R" wykonana w dużym powiększeniu (z lewej) i odpowiadająca jej mapa fazowa (z prawej)

Warstwy osadzone metodą rozpylania magnetronowego z tarczy grafitowej charakteryzują się bardziej uporządkowaną, pozbawioną mikrokraterów strukturą powierzchniową, niż warstwy osadzone metodą RF CVD (rys. 6.1.9). Zbudowane są z dobrze wyodrębnionych konglomeratów o zbliżonych wymiarach, rzędu 3-4 µm. Sposób wzrostu tych warstw wskazuje na to, że padające jony posiadają energię zapewniającą im możliwość zajęcia miejsc o niskich energiach swobodnychw rosnącej warstwie, czyli możliwość wzrostu polikrystalicznego. Warstwy osadzano przy mocy generatora RF równej 100 W (rys. 6.1.9a) i 140 W (rys. 6.1.9b), gazem roboczym był argon, a pozostałe

parametry osadzeń były podobne i zostały wyszczególnione w tab.1. Lepszą jakość warstwy otrzymano przy większej mocy generatora.

Na rys. 6.1.10 przedstawione zostały topografia typu 2D i odpowiadająca jej mapa fazowa konglomeratu z warstwy osadzonej metodą MS przy mocy generatora RF równej 140 W. W odróżnieniu od warstw osadzanych metodą RF CVD, w których ziarna w dużych konglomeratach miały nieregularne, owalne kształty, konglomeraty warstw osadzonych metodą MS złożone są z równolegle ułożonych warstw jednorodnych fazowo. Tego typu budowę obserwowano wcześniej dla warstw z azotku boru o strukturze fazowej h-BN (zwanej czasem strukturą grafitopodobną). Zatem, w odróżnieniu od warstw polimeropodobnych osadzonych metodą RF CVD z atmosfer reaktywnych, warstwy osadzone metodą magnetronową z tarczy grafitowej są warstwami grafitopodobnymi.



Rys. 6.1.11. Analiza składu chemicznego podłoża z poliuretanu (pomiar XPS).



Rys. 6.1.12. Procentowa zawartość tlenu w analizowanych próbkach (pomiar XPS)



Rys. 6.1.13. Procentowa zawartość azotu w analizowanych próbkach (pomiar XPS)



Rys. 6.1.14. Procentowa zawartość węgla w analizowanych próbkach (pomiar XPS)

Na podstawie analizy widm fotoelektronów rentgenowskich został określony skład chemiczny wybranych warstw. Z uwagi na brak możliwości rejestracji fotoelektronów pochodzących od wodoru, jego udział w warstwach nie został określony. W zarejestrowanym widmie - rys. 6.1.11, występują piki od fotoelektronów poziomu rdzenia 1s pochodzących od tlenu, azotu i węgla. Zawartość poszczególnych pierwiastków dla wyselekcjonowanej grupy próbek została zestawiona na rys. 6.1.12, 6.1.13 i 6.1.14. Jak wynika z rys. 6.1.12, 6.1.13 i 6.1.14 skład chemiczny poszczególnych warstw silnie zależy zarówno od metody osadzania, jak i parametrów osadzania. W przypadku metody RF CVD udział tlenu wynosi od 16,3 do 19,7 %, azotu od 1,1 do 3,9 % i węgla od 77,9 do 82,2 %. W warstwach osadzanych metodą MS z argonem udział tlenu w warstwach jest podobny i waha się w granicach od 15,9 do 19,3 %. Największe różnice obserwuje się dla azotu, którego udział wynosi w tym przypadku od 6,4 do 15,9 %. Dla metody MS obserwuje się jednocześnie zmniejszenie udziału węgla, co świadczy o tym, że jest on wypierany przez azot.



Rys. 6.1.15. Otoczenie chemiczne atomów węgla C1s otrzymane przy użyciu spektrometru XPS dla niezmodyfikowanego podłoża poliuretanowego



Rys. 6.1.16. Otoczenie chemiczne atomów węgla C1s otrzymane spektrometrem XPS dla próbki "S" z warstwą osadzoną metodą RF CVD z metanu

Dla czystego podłoża poliuretanowego oraz dla próbki "S" została przeprowadzona analiza piku węglowego C1s. Na podstawie zaobserwowanych w pasmie C1s przesunięć chemicznych określono grupy funkcyjne występujące w niezmodyfikowanych podłożach poliuretanowych (rys. 6.1.15). Są to podstawowe grupy chemiczne występujące w badanym materiale wbudowane w łańcuchy węgla alifatycznego (–CH<sub>2</sub>–). W przypadku pasma C1s dla próbki "S" (rys. 6.1.16), przy jego rozkładzie, zostały przyjęte takie same grupy funkcyjne, jak dla poliuretanu niezmodyfikowanego.
Takie działanie wynika z istniejącego podobnego kształtu piku węgla C1s tej próbki do kształtu piku węgla C1s poliuretanu. Występujące piki składowe mają różną powierzchnię, ale prawie identyczne położenia na osi energii, co pozwala przypuszczać, że osadzona warstwa w pewnym stopniu kontynuuje strukturę podłoża. Wcześniej pokazano, że w przypadku stosowania reaktywnej atmosfery można wpływać na skład chemiczny osadzanej warstwy. W przypadku osadzania warstw o grubościach rzędu kilkudziesięciu nanometrów metodą RF CVD z atmosfery reaktywnej, np.: z atmosfery metanu, napotkano na trudności z ustabilizowaniem składu chemicznego osadzanych warstw, wynikające z pozostającego w komorze eksperymentalnej gazu resztkowego, który wpływał na skład chemiczny warstw. Problemy te zostały zilustrowane badaniami wpływu ciśnienia w komorze eksperymentalnej na skład chemiczny warstw osadzanych metodą MS. Badania składu chemicznego warstw wykonano spektrometrem XPS.

Magnetrony, w tym stosowany w przedstawionych wynikach badań magnetron z zasilaczem typu RF 13.56 MHz, pracują w zakresie ciśnień p ~  $10^{-2} - 10^{-3}$  mbar, przy czym istnieje stosunkowo duża dowolność jeśli chodzi o wybór rodzaju gazu roboczego. W prezentowanych badaniach stosowano argon jako neutralny gaz roboczy. Jednakże pomimo zastosowanego podczas procesu osadzania warstw metodą MS argonu, o dużej czystości (99.99%), otrzymano nieoczekiwanie duże zawartości tlenu i azotu w wytworzonych warstwach (rys. 6.1.12 i rys. 6.1.13).

Wyniki eksperymentalne pokazały, że w komorze eksperymentalnej jest wystarczająco dużo atomów azotu i tlenu, które po zjonizowaniu w strefie osadzania materiału tarczy wchodzą w różnego rodzaju interakcje z jonami i wzbudzonymi atomami węgla oraz wbudowują się w wytwarzaną warstwę. Okazało się, że wyjątkowo aktywnym pierwiastkiem po zjonizowani jest azot.



Rys. 6.1.17. Widmo XPS warstwy osadzonej na podłożu "N": a) analiza składu chemicznego,
b) analiza wiązań chemicznych na podstawie piku węglowego C1s (osadzanie MS,
p = 5,0 ± 0,5 x10<sup>-3</sup> mbar).



Rys. 6.1.18. Widmo XPS warstwy osadzonej na podłożu "O": a) analiza składu chemicznego, b) analiza wiązań chemicznych na podstawie piku węglowego C1s (osadzanie MS,  $p = 5.1 \pm 0.5 \text{ x10}^{-2} \text{ mbar}$ )

Na rys. 6.1.13 pokazano, że w warstwie próbki "N" osadzonej przy ciśnieniu wynoszącym w komorze eksperymentalnej p =  $(5.0 \pm 0.5) \times 10^{-3}$  mbar, zawartość procentowa azotu wynosiła 6,4 %. W przypadku, gdy ciśnienie w komorze eksperymentalnej było p =  $(5.1 \pm 0.5) \times 10^{-2}$  mbar, zawartość procentowa azotu w warstwach "O", "U" i "P" była równa odpowiednio: 14.7 %, 15.9 % i 15.2 %.

Na rys. 6.1.17 i rys. 6.1.18 przedstawiono widma XPS obrazujące wpływ ciśnienia występującego w komorze eksperymentalnej, podczas magnetronowego osadzania warstw, na otoczenie chemiczne atomów węgla, wykonane na podstawie analizy kształtu obwiedni pasma C1s. Obydwie analizowane warstwy osadzono przy tym samym przepływie argonu jako gazu roboczego (20 cm<sup>3</sup>/min) i przy tej samej mocy dostarczanej do magnetronu z zasilacza RF 13.56 MHz (100 W). Różne były natomiast ciśnienia, przy których przeprowadzono osadzenia:  $(5,0 \pm 0,5) \times 10^{-3}$  mbar dla próbki "N" i  $(5,1 \pm 0,5) \times 10^{-2}$  mbar dla próbki "O". Różnica między obwiedniami pasm węgla C1s nie jest zbyt duża i można z niej wyodrębnić trzy główne typy wiązań węgla z wodorem, azotem i tlenem: C-C / C- H, C-O / C-N i O-C- N / O-C-O. Z analizy i porównania rys. 6.1.17b i rys. 6.1.18b można powiedzieć, że wraz ze wzrostem ciśnienia w komorze eksperymentalnej wzrastała ilość atomów azotu przyłączanych do atomów węgla, w różnych konfiguracjach, kosztem nieznacznego zmniejszenia się ilości atomów tlenu. Ocena wpływu zwiększonej zawartości azotu na parametry eksploatacyjne wytworzonych warstw wymaga wykonania dodatkowych badań.

Badania wykonane transmisyjnym mikroskopem elektronowym (TEM), w Instytucie Metalurgii i Inżynierii Materiałowej PAN w Krakowie pozwoliły ocenić wpływ parametrów osadzania na grubość i jakość osadzonych warstw. Na rys. 6.1.19a przedstawiono przekrój poprzeczny warstwy osadzonej metodą RF CVD w następujących warunkach:  $P_{RF} \cong 80$  W, przepływie CH<sub>4</sub>  $\cong$  15 cm<sup>3</sup>/min, przepływie N<sub>2</sub>  $\cong$  5 cm<sup>3</sup>/min, czasie osadzania t  $\cong$  1 godz. i ciśnieniu roboczym p  $\cong$  6,5 x 10<sup>-2</sup> mbar. Grubość osadzonej warstwy oceniono na 55 ± 10 nm. Na rys. 6.1.19b przedstawiono przekrój tej samej warstwy wykonany w warunkach dużvch odkształceń. Pomimo dużych odkształceń nie zarejestrowano uszkodzeń typu delaminacji warstwy, ani jej częściowego złuszczania, co potwierdza wytworzenie na poliuretanowym podłożu struktury typu PL-C.





Do badań trybologicznych urządzeniem Micro-Combi-Tester wybrano próbki oznaczone symbolami "C" oraz "D" (nie zamieszczone w tab. 3.1), z warstwami osadzonymi w skrajnych warunkach ciśnienia, mocy i przepływu gazów. Zastosowanie wyraźnie odmiennych warunków podczas osadzania warstw, w seriach "C" i "D", miało na celu pokazanie dopuszczalnego przedziału parametrów eksperymentalnych podczas nanoszenia warstw. W skład każdego z zestawów wchodziły dwie próbki z warstwami osadzonymi w tym samym procesie, oznaczone odpowiednio symbolami "C2", "C3" i "D2", "D3". Warstwy na próbkach oznaczonych jako "C2" (podłoże umieszczone na anodzie) i "C3" (podłoże umieszczone na katodzie) zostały wytworzone w procesie osadzania RF CVD z metanu w następujących warunkach: moc generatora RF 14 W, przepływ metanu 30 cm3/min, ciśnienie 2,2 ± 0,5 x10-1 mbar. Warstwy na próbkach oznaczonych jako "D2" i "D3" zostały wytworzone w procesie osadzania MS z argonem: moc generatora 170 W, przepływ argonu 40 cm3/min, ciśnienie 9,1 ± 0,5 x10-1 mbar. Wartości dynamicznego współczynnika tarcia przedstawiono na rys. 6.1.20. Dynamiczny współczynnik tarcia dla próbek z serii "C" i "D" był generalnie niższy, niż współczynnik tarcia dla powłok PUG-PUG (tab. 3.1). W przypadku warstw z serii "C" i "D" mniejszy współczynnik tarcia miały warstwy osadzone metodą MS (seria "D").



Rys. 6.1.20. Zestawienie wartości dynamicznych współczynników tarcia otrzymanych z badań tribologicznych urządzeniem Micro-Combi-Tester



Rys. 6.1.21. Obraz warstwy "D2" w obszarze oddziaływania trzpienia z folią PU o sile docisku trzpienia 0,5 N (mikroskop optyczny powiększenie x20)



Rys. 6.1.22. Obraz warstwy "D3" w obszarze oddziaływania trzpienia z folią PU o sile docisku trzpienia 4 N (mikroskop optyczny powiększenie x20)



Rys. 6.1.23. Obraz warstwy "C2" w obszarze oddziaływania trzpienia z folią PU o sile docisku trzpienia 4 N (mikroskop optyczny powiększenie x20)

Jakość połączeń warstw z serii eksperymentalnych "C" i "D" badano po 100 cyklach ruchu posuwistozwrotnego w zależności od wartości siły docisku trzpienia z naklejoną folią PU. W przypadku próbki "D2" (rys. 6.1.21), już przy sile docisku trzpienia 0,5 N, obserwowane były obszary, na których warstwa ulegała delaminacji. Dla warstwy na próbce "D3" drobne obszary delaminacji występowały dopiero przy sile docisku trzpienia wynoszącej 4 N (rys. 6.1.22). Warstwa na próbce "C2" nie uległa delaminacji nawet przy maksymalnej sile docisku 10 N, której towarzyszyła głębokość penetracji wgłębnika na poziomie 200 µm, a więc wielokrotnie większa od grubości powłoki (rys. 6.1.23). Uzyskane wyniki wskazują więc na bardzo dobre własności tribologiczne warstw osadzonych metodą RF CVD. Brak delaminacji przemawia za chemicznym wiązaniem wytworzonych warstw z poliuretanowym podłożem.

## 6.1.5. Podsumowanie

Przeprowadzone badania pozwoliły wytypować dwie metody wytwarzania cienkich warstw, które mogą być użyte do wytwarzania funkcjonalnych powłok na membranach sztucznego serca: metodę rozpylania magnetronowego z tarczy grafitowej (MS) i metodę chemicznego osadzania z fazy gazowej wspomaganego promieniowaniem generatora RF 13.56 MHz (RF CVD). Metody osadzania RF CVD i MS pozwalają wytwarzać warstwy o znacznie mniejszej wartości współczynnika dynamicznego tarcia, niż w przypadku warstw typu PUG-PUG. Warstwy wytworzone metodą MS są warstwami grafitopodobnymi, natomiast warstwy wytworzone metodą RF CVD warstwami polimeropodobnymi połączonymi wiązaniami chemicznymi z atomami podłoża. O przydatności zaproponowanych metod modyfikacji powierzchni membran ostatecznie zadecydują badania funkcjonalne. Wydaje się jednak, że warstwy polimeropodobne, wytworzone metodą RF CVD, są bardziej predysponowane do modyfikacji membran w sztucznym sercu ze względu na ich bardziej trwałe połączenie z podłożem.

W pracy porównano dwa typy warstw buforowych o dużej zawartości węgla, wytworzone dwoma różnymi metodami plazmowymi przy użyciu układu do laserowego nanoszenia cienkich warstw metodą hybrydową (HPLD). Zestaw do hybrydowego nanoszenia cienkich warstw z Instytutu Optoelektroniki WAT umożliwia osadzanie warstw trzema niezależnymi metodami: metodą laserowej ablacji (PLD) laserem typu ArF ( $\lambda$  = 193 nm), metodą rozpylania magnetronowego (MS) i metodą chemicznego osadzania z fazy gazowej, wspomaganego promieniowaniem generatora RF 13.56 MHz (RF CVD). W pracy zostały porównane warstwy osadzone metodami MS i RF CVD. Wytworzone warstwy miały mniejszą wartość współczynnika tarcia dynamicznego, niż wartość współczynnika, którą otrzymano dla zestawu materiałowego PUG-PUG (PUG - poliuretan z wtartym mechanicznie grafitem).

Analiza parametrów fizykochemicznych wytworzonych warstw wykonana mikroskopem sił atomowych (AFM), spektrometrem fotoelektronów rentgenowskich (XPS) oraz transmisyjnym mikroskopem elektronowym (TEM) sugeruje, że warstwy wytworzone metodą MS są warstwami grafitopodobnymi, a warstwy osadzone metodą RF CVD są warstwami polimeropodobnymi (PL-C). Wartość współczynnika tarcia dynamicznego warstw wytworzonych metodą RF CVD była prawie dwukrotnie niższa niż dla warstw PUG-PUG. W przypadku warstw wytworzonych metodą MS współczynnik tarcia dynamicznego był również niższy niż dla warstw PUG-PUG, ale gorszy niż dla warstw wytworzonych metodą RF CVD.

# 6.2. Nanostruktury plazmonowe do modyfikacji charakterystyk spektralnych substancji chemicznych i biologicznych

### 6.2.1. Wstęp

W ostatnich latach ogromne zainteresowanie naukowców na całym świecie wzbudzają struktury plazmonowe. Obejmują one zarówno struktury metaliczne o wymiarach rzędu dziesiątek nanometrów, jak i ich hybrydy z innymi materiałami. Ogromne zainteresowanie tymi strukturami spowodowane jest ich unikalnymi właściwościami optycznymi, a mianowicie wykazywaniem dla pewnych długości fal rezonansów plazmonowych – rezonanse elektronów swobodnych w metalu. Pozycje tych rezonansów zależą od rodzaju metalu i ewentualnie innych materiałów tworzących hybrydę oraz od geometrii i rozmiaru nanostruktury. Ponadto nanostruktury plazmonowe działają jak nano-anteny – mogą koncentrować energie pola elektromagnetycznego w obszarach o nanometrowych rozmiarach – gorących punktach (z ang. "hot spots"). Właściwość ta sprawia, że struktury plazmonowe mogą powodować wzmocnienie rozpraszania, absorpcji, luminescencji i innych efektów oddziaływania promieniowania elektromagnetycznego z substancjami znajdującymi się w obszarze gorących punktów. To powoduje, że struktury plazmonowe znajdują zastosowanie w wielu nowatorskich dziedzinach badawczych i aplikacjach, miedzy innymi w powierzchniowo wzmocnionej spektroskopii Ramana (z ang. Surface Enhanced Raman Spectroscopy SERS), powierzchniowo wzmocnionej spektroskopii IR (z ang. Surface Enhanced Infrared Absorption SEIRA), fotowoltaice, optyce nieliniowej, terapii chorób nowotworowych czy budowie nanolaserów.

W Laboratorium Plazmoniki od kilku lat prowadzone są badania mające na celu opracowanie metod wytwarzania nanostruktur plazmonowych oraz podłoży z tymi nanocząstkami, które umożliwią wzmocnienie sygnałów fluorescencji i/lub rozproszenia ramanowskiego oraz absorpcji w podczerwieni substancji chemicznych i biologicznych. Nanostruktury wytwarzane są za pomocą metod chemicznych (koloidy sferyczne oraz pręciki ze srebra i złota, cząstki typu rdzeń-płaszcz, nieciągłe warstwy metaliczne wytworzone w drodze kontrolowanej redukcji) oraz parowania próżniowego (nieciągłe warstwy metaliczne oraz nanotrójkąty Au i Ag) w urządzeniach próżniowych znajdujących się w Zespole Technologii Optycznych stanowiącym składową Zakładu Technologii Optoelektronicznych.

## 6.2.2. Nanostruktury wytwarzane w drodze syntezy chemicznej

Opisane w poniższej sekcji badania miały na celu opracowanie metod wytwarzania i optymalizacja nanostruktur plazmonowych spełniających funkcję podłoży do powierzchniowo wzmocnionej spektroskopii Ramana i i spektroskopii w podczerwieni (IR).

W celu zbadania przydatności wytwarzanych nanostruktur do zastosowań we wzmocnionej

powierzchniowo spektroskopii Ramana wykonane zostały porównawcze pomiary dla różnych nanostruktur przy użyciu związku testowego *p*-merkaptoaniliny. Poniżej przedstawiono opis badań, które wykonano dla struktur rdzeń-płaszcz SiO<sub>2</sub>-Au, a także nanostruktur planarnych Au.



Rys. 6.2.1. Zdjęcia struktur rdzeń- płaszcz SiO<sub>2</sub>-Au wykonane za pomocą mikroskopu optycznego z zaznaczonym miejscem wykonania pomiaru (A) i skaningowego mikroskopu elektronowego (B)



Rys. 6.2.2. Widma transmisji cząstek rdzeń- płaszcz SiO<sub>2</sub>-Au w roztworze wodnym w zakresie spektralnym UV-Vis-NIR.

Podkłady SERS struktur rdzeń-płaszcz wykonano przez naniesienie na powierzchnię płytki krzemowej o wymiarach około 3 mm x 4 mm zawiesiny wytworzonych wcześniej nanostruktur o interesującej nas morfologii (Rys. 6.2.1) i właściwościach optycznych (Rys. 6.2.2). Po odparowaniu rozpuszczalnika na podłożu powstały warstwy struktur rdzeń-płaszcz. W przypadku nanostruktur planarnych użyto osadzonych chemicznie nieciągłych warstw złota wytworzonych na powierzchni szkiełka o wymiarach 13 mm x 13 mm o różnej morfologii (Rys. 6.2.3) i właściwościach (Rys. 6.2.4). Nanowarstwy metaliczne wytwarzane były w wieloetapowym procesie obejmującym czyszczenie podkładów szklanych oraz ich funkcjonalizację grupami aminowymi, a następnie nanoszenia na nie koloidów złota oraz zwiększenie ilości złota na tak powstałych warstwach poprzez redukcję jonów złota przy użyciu czynnika redukującego. Warstwy o różnej morfologii i właściwościach otrzymywane były poprzez zmianę stężenia redukowanych jonów złota.



Rys. 6.2.3. Zdjęcia SEM próbki otrzymanej przez naniesienie koloidów Au na sfunkcjonalizowaną powierzchnię szkła (1A i 1B) oraz próbek otrzymanych przez redukcję różnej ilości jonów złota (rosnące stężenie 2B<3B<4B<5B) na próbkach typu 1A i 1B za pomocą hydroksyloaminy (2B-5B). str. 215



Rys. 6.2.4. Widma UV-Vis otrzymanych nanowarstw złota przedstawionych na Rys. 6.2.3. Próbki 1A i 1B – koloidy Au naniesione na modyfikowane szkło. Próbki 2B-5B – nanowarstwy Au otrzymane poprzez redukcję różnej ilości jonów Au na warstwach koloidów Au. Ilość redukowanego złota była zwiększana dla poszczególnych próbek zaczynając od 2B, a kończąc na 5B.

Analitem wykorzystanym do badań były roztwory *p*-merkaptoaniliny (pMA) o stężeniach w zakresie od nM do mM, które to najczęściej w ilości kilkudziesięciu mikrolitrów nakraplano i równomiernie rozprowadzano na wcześniej opisanych podkładach. Widma SERS rejestrowano na mikroskopie ramanowskim inVia firmy Renishaw dla stężeń pMA: 5,00 nmol/dm<sup>3</sup>, 5,005 µmol/dm<sup>3</sup> i 55,005 µmol/dm<sup>3</sup>. Badano najmniejsze stężenie pMA, przy którym obserwuje się charakterystyczne pasma. Pomiary były wykonywane dla dwóch długości fali wzbudzenia 633 nm i 785 nm przy mocach lasera równych odpowiednio 0,5% i 0,05%. Dla każdego pomiaru wykonywano jedną akwizycję o czasie naświetlania 10s.

Widma czystej p-merkaptoaniliny (pMA), a także pMA zaadsorbowanego na nanostrukturach plazmonowych przedstawione są na Rys. 6.2.5 i Rys. 6.2.7. Charakterystyczne przesunięcia dla widma Ramana pMA obserwuje się przy 1003 cm<sup>-1</sup>, 1077 cm<sup>-1</sup>, 1180 cm<sup>-1</sup> oraz 1590 cm<sup>-1</sup> (Rys. 6.2.5 i Rys. 6.2.7), natomiast w przypadku wykonywania pomiarów dla pMA zaadsorbowanego na złotych strukturach plazmonowych obserwuje się dodatkowy pik przy 390 cm<sup>-1</sup> (wiązanie Au-S). Ze względu na cel prowadzonych badań analiza zarejestrowanych widm skupiała się głównie na obszarze przesunięć 300-1600 cm<sup>-1</sup>. W tym bowiem zakresie liczb falowych pojawiają się pasma charakterystyczne dla pMA.



Rys. 6.2.5. Widmo Ramana czystego pMA.



Rys. 6.2.6. Widmo Ramana pMA (z zaznaczonymi charakterystycznymi pasmami przy 390 cm<sup>-1</sup> (wiązanie C-S), 1003 cm<sup>-1</sup>, 1077 cm<sup>-1</sup>, 1180 cm<sup>-1</sup> oraz 1590 cm<sup>-1</sup>) o różnych stężeniach zaadsorbowanego na otrzymanych strukturach rdzeń-płaszcz pokazanych na Rys. 6.2.1



Rys. 6.2.7 Widma SERS p-merkaptoaniliny otrzymane na planarnych warstwach złota o różnej morfologii pokazanych na Rys. 6.2.3

Uwzględniając sposób nanoszenia analitu na próbki oraz pole przekroju poprzecznego wiązki lasera sygnał zbierany był z masy pMA wynoszącej w przybliżeniu 400 femtogramów dla nanostruktur rdzeń-płaszcz oraz 40 femtogramów dla planarnych warstw złota. Na tej podstawie wykorzystując wzór (1) mogliśmy oszacować współczynnik wzmocnienia testowanych substratów SERS, który dla planarnych warstw złota został oszacowany na poziomie  $\text{EF} \approx 10^6$ .

$$EF = \frac{I_{SERS} / N_{pow}}{I_{RS} / N_{obj}}$$
(1)

gdzie:

 $N_{obj} = c_{RS} \cdot V$  – średnia ilość cząsteczek w objętości V, z której zbierane jest klasyczne widmo ramanowskie,

 $N_{pow}$  – średnia ilość zaadsorbowanych cząsteczek w tej samej objętości V, z której zbierane jest widmo SERS,

I<sub>SERS</sub>, I<sub>RS</sub> – mierzone intensywności odpowiednio dla przypadku powierzchniowo wzmocnionego rozpraszania Ramana i rozpraszania Ramana.

Opisane powyżej nanostruktury na podłożach płaskich umożliwiają wzmocnienie sygnatur spektralnych substancji o kilka rzędów wielkości. Może to pozwolić na obniżenie progów detekcji substancji chemicznych i biologicznych, w tym broni chemicznej i biologicznej. W przyszłości prowadzone badania powinny pozwolić na budowę miniaturowych systemów wykrywania i identyfikacji materiałów niebezpiecznych.

#### 6.2.3. Nanostruktury wytwarzane za pomocą urządzeń próżniowych

W oparciu o urządzenia próżniowe znajdujące się w Zespole Technologii Optycznych stanowiącym składową Zakładu Technologii Optoelektronicznych prowadzone są prace badawcze mające na celu wytworzenie nanostruktur plazmonowych o kontrolowanych właściwościach optycznych. W chwili obecnej badane są nieciągłe warstwy metaliczne oraz nanotrójkąty ze srebra i złota. Cienkie nieciągłe warstwy metaliczne o grubości rzędu kilku - kilkudziesięciu nanometrów, są jednym z typów struktur plazmonowych badanych pod kątem zastosowań do detekcji substancji chemicznych i biologicznych. Wzmacniają sygnały rozpraszania Ramana, fluorescencji i absorpcji w podczerwieni.

Mogą one być wytwarzane przy pomocy napylarek próżniowych przy wykorzystaniu dział z wiązką elektronową czy grzania oporowego. Mogą być także wytwarzane przy pomocy syntezy chemicznej. Właściwości optyczne i morfologia cienkich warstw metalicznych silnie zależą od ich grubości. Poprzez kontrolę grubości można uzyskać warstwy absorbujące promieniowanie elektromagnetyczne w szerokim zakresie spektralnym od ultrafioletu po średnią podczerwień [6,7]. Pozwala to na zastosowanie jednego typu podkładu w metodach, w których rezonans plazmonowy wymagany jest na różnych długościach fal.

W Instytucie Optoelektroniki WAT wykonano szereg nieciągłych warstw srebra na podłożach szklanych. Zdjęcia ze skaningowego mikroskopu elektronowego nanostruktur z naniesionymi warstwami srebra o różnej grubości (grubość mierzona przy pomocy wagi kwarcowej – odpowiada grubości hipotetycznej ciągłej warstwy) przedstawione zostały na Rys. 6.2.8. Na Rys. 6.2.9 przedstawiona jest transmitancja warstw srebra na podkładzie szklanym, na którym naparowano wcześniej 50 nm TiO<sub>2</sub>. Struktura i transmitancja wytwarzanych warstw zależy od ilości napylonego metalu. Dla małej ilości srebra warstwa składa się z kulistych nanocząstek (Rys. 6.2.8, prawy panel), a w transmisji próbki widoczne jest pasmo absorpcji w zakresie około 800 nm odpowiadające absorpcji pojedynczych nanocząstek srebra. Ze wzrostem ilości napylanego materiału warstwa zmienia się w większe nierównomierne struktury o różnych stosunkach wymiarów, które posiadają rezonans plazmonowy na różnych długościach zależnych od ich geometrii, następnie strukturę perkolującą i w końcu ciągłą warstwę z pewnymi pustymi obszarami (Rys. 6.2.8, lewy panel). Transmitancja zmniejsza się wraz ze wzrostem ilości napylonego materiału na skutek wzrostu absorpcji i odbicia. Warstwy perkolujące znane są z niezależnych od długości fali transmitancji, odbicia i absorpcji w szerokim zakresie spektralnym oraz występowania gorących punktów, w których amplituda lokalnego pola elektrycznego wielokrotnie przewyższa amplitudę pola padającego.

Położenie rezonansu plazmonowego nanocząstek nieciągłej warstwy metalicznej wytworzonej na podłożu w procesie parowania próżniowego planarnym może być w niewielkim stopniu kontrolowane poprzez temperaturę procesu czy współczynnik załamania podłoża. Natomiast charakter zmian wynikających ze wzrostu parowanego materiału jest zawsze taki sam (opisane powyżej). W celu wytworzenia nanocząstek metalicznych o rezonansie plazmonowym w prawie dowolnym zakresie spektralnym rozpoczęto prace nad wykorzystaniem techniki "litografii cienia" (z ang. nanosphere lithography albo nanosphere masking). W metodzie tej używa się warstwy kulek dielektrycznych (np. polistyrenowych czy krzemionkowych) jako maski w procesie parowania warstw metalicznych. Metoda ta pozwala na wytworzenie warstwy nanotrójkątów. Na Rys. 6.2.10 przedstawione są przykładowe zdjęcia maski kulek polistyrenowych oraz nanotrójkątów uzyskane za pomocą mikroskopu sił elektronowych. Poprzez dobór średnicy użytych kulek polistyrenowych możliwe jest otrzymanie nanotrójkatów o rezonansie plazmonowym w zakresie od UV do średniej podczerwieni.



Rys. 6.2.8. Zdjęcia nieciągłych warstw srebra na podłożu szklanym. Lewy panel – warstwa o grubości kilku nanometrów, prawy panel – warstwa o grubości kilkunastu nanometrów.



Rys. 6.2.9. Transmitancja nieciągłych warstw srebra o różnej grubości naparowanych na podłoża szklane z wcześniej naparowanymi 50 nm TiO<sub>2</sub>.



Rys. 6.2.10. Zdjęcia z mikroskopu elektronowego; monowarstwy kulek polistyrenowych stanowiącej maskę w metodzie litografii cienia.

# 7. Metrologia optoelektroniczna w realizacji priorytetowych kierunków badań z obszaru techniki i technologii obronnych

7.1. Laserowy system do zdalnego wykrywania materiałów wybuchowych i innych substancji niebezpiecznych metodą spektroskopii plazmy wzbudzanej laserowo

# 7.1.1. Zastosowanie metody spektroskopii plazmy wzbudzanej laserowo do detekcji śladowych ilości materiałów wybuchowych.

Metoda LIBS polega na analizie widmowej promieniowania emitowanego przez plazmę wzbudzoną impulsowym promieniowaniem laserowym (rys. 7.1.1). W obłoku plazmy znajdują się pierwiastki, z których zbudowana jest badana substancja (podłoże), cząstki MW (materiału wybuchowego) oraz atmosfery. Emitowane przez plazmę promieniowanie optyczne zawiera informację spektralną charakteryzującą jej skład chemiczny.



Rys. 7.1.1. Wykrywanie cząsteczek MW metodą LIBS.

Sensor MW wykorzystujący metodę LIBS powinien zatem składać się z trzech zasadniczych bloków (rys. 7.1.2):

- układu wzbudzenia plazmy,
- odbiornika optycznego,
- układu sterowania i analizy danych.



Rys. 7.1.2. Schemat blokowy czujnika LIBS

W zależności od optycznego układu gromadzącego, promieniowanie analizowane przez spektrometr może pochodzić od całego obszaru plazmy lub jego fragmentu. Wybór przestrzenny

fragmentu plazmy, z którego odbierane jest promieniowanie oraz selektywność czasowa analizy widma promieniowania umożliwia optymalizację konfiguracji czujnika. W zależności od rodzaju materiału próbki, energii impulsu laserowego oraz czasu jego trwania zmieniać się będzie położenie optymalnego punktu źródłowego plazmy oraz opóźnienie czasowe rejestracji promieniowania plazmy względem impulsu wzbudzającego.

Krytycznym parametrem jest czas opóźnienia rejestracji promieniowania plazmy względem końca impulsu wzbudzającego. Ponieważ, cechy charakterystyczne widma promieniowania plazmy dla MW pochodzą od promieniowania atomów C,H,N i O oraz prostych molekuł CN, ON, C<sub>2</sub> to czas opóźnienia powinien być ustalony tak, by wyeliminować wpływ promieniowania silnie wzbudzonych atomów i jonów. W pierwszej fazie po wzbudzeniu widmo promieniowania plazmy zdominowane jest przez emisję tła spowodowanej zjawiskami Bremsstrahlung. Dodatkowo do sygnału tła dodane jest widmo promieniowania jonów pierwiastków. Po zakończeniu impulsu laserowego rozpoczyna się wychładzanie plazmy. Obserwowany jest wtedy stopniowy zanik promieniowania tła i linii emisji jonów, a w widmie widoczne stają się dyskretne linie emisji wzbudzonych atomów i prostych molekuł. Zmiany kształtu widma promieniowania w trakcie ewolucji obłoku plazmy dla kilku charakterystycznych wartości czasów opóźnienia przedstawiono na rys. 7.1.3. W systemach LIBS stosowane są układy analizy widma z rozdzielczością czasową, których czasy integracji sygnału optycznego ustalane są w zakresie od kilkudziesięciu nanosekund do kilku milisekund. Początek rejestracji promieniowania plazmy w układzie LIBS stosowanym do wykrywania MW powinien być opóźniony o kilka µs. Po tym czasie plazma wychładza się do temperatury, w której znaczący udział mają emisje promieniowania słabo wzbudzonych atomów i prostych molekuł.



Rys. 7.1.3. Widmo promieniowania plazmy:

a) sekwencja czasowa rejestracji promieniowania plazmy;

- b) widmo promieniowania ciągłego rejestrowane po czasie 100ns;
- c) widmo promieniowania ciągłego i dyskretnego zarejestrowane po czasie 200ns;
- d) widmo promieniowania dyskretnego zarejestrowane po czasie 800ns.

Opóźnienie czasowe zależy od szybkości ewolucji obłoku plazmy – zanik ciągłego promieniowania tła i linii emisji jonów następuję w przeciągu 10<sup>2</sup>ns do 10<sup>0</sup>µs. W układach zdalnego LIBS dodatkowy czas opóźnienia wymagany jest ze względu na skończony czas pokonania przez światło odległości czujnik

LIBS – badany obiekt. Dla odległości ok. 40m będzie to dodatkowe opóźnienie ok. 270ns, które może znacząco wpływać na kształt widma promieniowania plazmy docierającego do układu odbiorczego.

Do wzbudzania plazmy zastosowano laser dwuimpulsowy. Jest on zbudowany z dwu osobnych rezonatorów optycznymi i emituje kolinearnie dwa impulsy laserowe odseparowane czasowo. Separacja czasowa impulsów zawiera się w przedziale 0.5-10µs i zależy od rodzaju materiału próbki oraz przeznaczenia czujnika. Jej wielkość zmienia się w zależności od rodzaju pozyskiwanej informacji o materiale próbki (jakościowa lub ilościowa analiza materiału) oraz zakresu analizy pierwiastkowej. Dla MW czas separacji impulsów wzbudzających może zawierać się od kilku do kilkunastu µs, optymalnie 2-8 µs, co zapewnia odpowiednio wysoki poziom sygnału optycznego docierającego do spektrometru.

#### 7.1.2. Rozwiązanie konstrukcyjne sensora materiałów wybuchowych.

Projekt demonstratora technologii sensora LIBS obejmuje dwa bloki układowe: pierwszy obejmuje moduł sensora, działający w warunkach polowych, drugi to układ serwerowy. Koncepcję funkcjonowania systemu przedstawia rys. 7.1.4.





Moduł sensora jest mobilną platformą wykorzystywaną do akwizycji i klasyfikacji sygnałów promieniowania plazmy w warunkach polowych. Składa się on z laserowego układu zdalnego wzbudzania plazmy oraz spektrometru analizującego widmo jej promieniowania. Sterowanie tego bloku odbywać się będzie za pomocą przenośnego komputera PC. Oprogramowanie powinno być w jak największym stopniu uproszczone, aby zminimalizować wymagania dla przeszkolenia operatora. Dlatego zaplanowane funkcje dostępne dla operatora programu mobilnej platformy to:

- wybór badanego obiektu poprzez sterowanie kierunkiem ustawienia lasera,
- uruchomienie procesu pomiaru,
- aktualizacja bazy sygnatur materiałów niebezpiecznych.

Funkcje automatycznie realizowane przez oprogramowanie sensora powinny z kolei zapewniać analizę sygnałów i wizualizację ich wyników w postaci sygnalizacji zagrożenia. Analiza sygnałów spektralnych w oprogramowaniu mobilnej platformy będzie realizować jedynie liniowe operacje matematyczne oraz funkcjonowanie sieci neuronowej zbudowanej na bazie uogólnionego równania

regresji. Pozostałe algorytmy numeryczne, obejmujące rozwiązywanie zagadnienia własnego macierzy, będą wykonywane przez oprogramowanie serwerowe.

Baza serwerowa systemu zbudowana na szybkim komputerze PC będzie przechowywała bazę sygnatur spektralnych, na podstawie której wyznaczana jest macierz ekstrakcji informacji. Baza sygnatur będzie aktualizowana poprzez połączenie sieciowe z platformą mobilną. W trakcie aktualizacji przekazywana będzie aktualna macierz ekstrakcji informacji z aplikacji serwerowej do platformy mobilnej. Jednocześnie mobilna platforma będzie przesyłać zarejestrowane sygnatury, wcześniej nieznane w systemie. Na podstawie uaktualnionej bazy sygnatur, aplikacja serwerowa dokona wyznaczenia nowej macierzy ekstrakcji informacji.

Sieciowa koncepcja systemu pozwoli w przyszłości rozbudowywać sieć sensorów pracujących na zagrożonym atakami obszarze działań. W ten sposób wszystkie sensory mogłyby uczestniczyć w rozbudowywaniu bazy sygnatur substancji niebezpiecznych.



Rys. 7.1.5. Fotografia mobilnej platformy sensora LIBS.

W ramach realizacji zadania opracowano konstrukcję ruchomej platformy czujnika przedstawionej na rysunku 7.1.5. Zapewnia ona możliwość sterowania kierunkiem wiązki laserowej w płaszczyźnie horyzontalnej i wertykalnej. Zmiany kierunku zrealizowano za pomocą silników krokowych sterowanych z komputera przenośnego. Przemieszczeniom ulega cała głowica sensora tj. laser i teleskop odbiorczy. Dzięki temu rozwiązaniu zmniejsza się możliwość rozjustowania toru nadajnika i odbiornika optycznego.

Wzbudzanie plazmy w odległości kilkudziesięciu metrów (do 50-60m) od czujnika wymaga zastosowania ekspandera wiązki laserowej, a następnie jej ogniskowana na badanej powierzchni. W tym celu zaprojektowano trzyelementowy układ 10-ciokrotnego ekspandera wiązki i dwuelementowego fokusera z regulacją ogniskowej (rysunek 7.1.6). Układ taki zapewnia gęstość mocy lasera rzędu 1GW/cm<sup>2</sup> na odległości 40m. Niezbędne elementy optyczne tj. soczewki i zwierciadła pozwalające na konfigurowanie przestrzenne układu optycznego zostały wykonane i pokryte twardymi warstwami antyrefleksyjnymi.



Rys. 7.1.6. Fotografia układu ekspandera i fokusera zamontowanego na ruchomej platformie sensora LIBS.

Jako układ optyczny gromadzący promieniowanie plazmy zastosowano teleskop o ogniskowej 500mm (rysunek 7.1.6), którego powierzchnie zwierciadeł i soczewek są pokryte standardowymi powłokami stosowanymi w układach astronomicznych. Pokrycia te mogą być zastosowane ze względu na to, że badania wskazały na zakres widzialny promieniowania plazmy, jako optymalny do wykrywania substancji organicznych.

# 7.1.3. Ekstrakcja informacji z sygnałów spektralnych promieniowania plazmy wzbudzanej laserowo

Sygnały spektralne w układach LIBS zawierają kilka składowych. Są to linie emisyjne jonów, atomów i prostych molekuł, ciągłe promieniowanie tła oraz szum. Składowe sygnały różnią się zakresami częstości ich widma i są niestacjonarne. Efektywnym narzędziem do analizy takich sygnałów jest analiza wielorozdzielcza z zastosowaniem transformaty falkowej, która umożliwia odseparowanie składowych o różnych częstościach.

Metody analizy wielorozdzielczej są obecnie bardzo często stosowane w różnych obszarach techniki i nauki. Wykorzystują one diadyczne algorytmy falkowe ze zmniejszeniem rozdzielczości w kolejnych skalach. Algorytmy takie są bardzo efektywne w kompresji sygnałów ze względu na szybkość obliczeń i wykorzystanie pamięci maszyn cyfrowych, lecz zmniejszenie liczby danych w kolejnych skalach powoduje, że nie są one optymalne w przetwarzaniu sygnałów np. filtracji, dekonwolucji, detekcji sygnałów. Po przetworzeniu współczynników falkowych i wykonaniu transformaty odwrotnej w sygnale często występują tzw. artefakty. Wad tych pozbawiona jest ciągła transformata falkowa, która wymaga jednakże dużego nakładu obliczeń numerycznych. Rozwiązaniem pośrednim jest stacjonarna transformata falkowa (SWT), która wykorzystuje efektywność metod diadycznych przy jednoczesnym zachowaniu stałej liczby danych w kolejnych skalach.

Przeprowadzone badania wykazały, że do analizy sygnałów uzyskiwanych ze spektrometrów optymalne jest zastosowanie falek biortogonalnych z filtrami 3.9, które zapewniają największą

koncentrację informacji pochodzącej od linii emisji. Przykładowy sygnał spektralny oraz jego transformatę falkową przedstawia rysunek 7.1.7. Skale 3-5 w przestrzeni transformowanej pozwalają na optymalną selekcję informacji pochodzącej od linii emisji wzbudzonych neutralnych atomów i prostych molekuł, zapewniając największą identyfikowalność materiałów pochodzenia organicznego co pokazuje wykres zawartości informacji w poszczególnych skalach przedstawiony na rysunku 7.1.8.



Rys. 7.1.7. Sygnał spektralny w czujniku LIBS (a) oraz jego transformata falkowa (b).

Dla zwiększenia efektywności analizy sygnałów spektralnych w układzie LIBS fundamentalne znaczenie ma wstępna normalizacja danych. Badania wykazały, że sygnały spektralne wykazują bardzo dużą przypadkową zmienność spowodowaną niestabilnością warunków wzbudzenia (moc promieniowania laserowego, warunki środowiskowe, właściwości badanego materiału) oraz losowym charakterem procesów fizycznych zachodzących podczas ewolucji plazmy. W celu uzyskania porównywalnych wyników zastosowano normalizację współczynników detali w przestrzeni transformaty falkowej. W ten sposób normalizacji poddawany jest tylko sygnał użyteczny. Wykonano badania różnych sposobów normalizacji sygnałów, a najlepsze wyniki separowalności uzyskano dla procedury obejmującej:

- centrowanie względem wartości minimalnej i maksymalnej,
- centrowanie względem sumy danych,
- stacjonarna transformata falkowa z falką biortogonalną 3.9,
- selekcja detali skali 2,

- centrowanie względem sumy kwadratów detali,
- centrowanie względem wartości minimalnej i maksymalnej detali.



Rys. 7.1.8. Informacja zawarta w zbiorach współczynników falkowych w funkcji skali dla różnych typów falek: Daubechies 2,5,8 oraz biortogonalnych 2.2, 2.8, 3.9.

Ważnym etapem analizy sygnałów spektralnych jest ekstrakcja cech widma promieniowania plazmy. Jedną z najczęściej stosowanych metod redukcji wymiarowości i ekstrakcji informacji z danych pomiarowych, stosowanych w różnych zagadnieniach rozpoznawania wzorców, jest metoda składowych głównych (PCA – principal component analysis). Popularność analizy PCA wynika z faktu, że jest ona prostą w implementacji i nieparametryczną metodą ekstrakcji istotnej informacji ze zbioru uwikłanych/pomieszanych danych. Pozwala ona obliczyć najbardziej znaczącą reprezentację danych w bazie o zmniejszonej wymiarowości i jednocześnie ujawnić struktury niewidoczne w reprezentacji oryginalnej. Na podstawie wyników PCA eksperymentator ma możliwość wyróżnić dane o znaczącej dla problemu dynamice, dane nadmiarowe oraz dane związane z szumem.

Zaletą analizy danych metodą PCA jest możliwość oceny wielkości wariancji poszczególnych składowych głównych, których wartości są ściśle związane z wartościami własnymi lub wartościami osobliwymi macierzy. Przyjmując założenie, że istotna dynamika systemu jest związana z danymi o największej wariancji, można pozostawić *k*-składowych głównych o największych wartościach wariancji, odrzucając pozostałe składowe sygnału jako zawierające składowe nadmiarowe i szum. W ten sposób zakłada się, że dwa pierwsze momenty rozkładu prawdopodobieństwa danych, wartość średnia i wariancja, w pełni charakteryzują ten rozkład. Założenie takie jest uzasadnione dla rozkładów eksponencjalnych, np. rozkładu gaussowskiego. Dla innych rozkładów diagonalizacja macierzy kowariancji może nie przynieść oczekiwanych rezultatów kompresji sygnału. Lepszą metodą jest wtedy dekompozycja danych na składowe statystycznie niezależne (np. ICA). Jednakże, opierając się na centralnym twierdzeniu granicznym, można przyjąć założenie, że rzeczywiste dane pomiarowe będą posiadały rozkład gaussowski.

Ekstrakcja odpowiedniego zbioru cech jest jednym z najważniejszych zadań systemu klasyfikacji zbiorów danych. Głównym celem ekstrakcji cech jest otrzymanie takiego zbioru zmiennych

objaśniających, który zapewnia maksymalizację podobieństwa próbek z tej samej klasy i równocześnie maksymalizuje różnicę próbek z różnych klas. Kompresja sygnału powinna jednocześnie minimalizować straty istotnej informacji zawartej w sygnale. Zmniejszenie wymiarowości danych skutkuje zwiększeniem efektywności obliczeniowej i redukcją ilości pamięci potrzebnej do realizacji klasyfikatora. Efekty te są szczególnie ważne, gdy do klasyfikacji wykorzystywana jest sieć neuronowa, która w takim przypadku będzie miała mniejsze rozmiary struktury, co umożliwi skrócenie czasu jej trenowania, a także zwiększy możliwości uogólniania. Zastosowanie analizy składowych głównych umożliwia spełnienie zadań ekstrakcji cech. Transformacja PCA powoduje bowiem skupienie większej części energii sygnału w kilku pierwszych składowych i zapewnia ich dekorelację, co zapewnia redukcję wymiarowości i efektywność trenowania klasyfikatora.

Analiza PCA ma dwie wady. Po pierwsze, minimalizuje prostą sumę odległości wszystkich próbek włączonych do analizy. Nie uwzględnia natomiast wzajemnych proporcji poszczególnych odległości próbek, preferując w ten sposób odległości duże. Po drugie, niewykorzystana jest dostępna informacja o przynależności próbek do klas danych, co powoduje duży wpływ elementów odstających klas na transformację danych, osłabiając wynikową separowalność klas. Wad tych pozbawiona jest tzw. ważona PCA, która minimalizuje sumę ważoną odległości między próbkami sygnału.

Rezultaty klasyfikacji sygnałów spektralnych dla czystych próbek i próbek z naniesionymi warstwami materiałów wybuchowych w śladowych ilościach pokazano na rysunek 7.1.9.



Rys. 7.1.9. Rezultat separacji sygnałów spektralnych dla próbek czystych i ze śladowymi ilościami materiałów wybuchowych ("czyste" próbki oznaczono zakreśleniem).

W ostatnim czasie, do zadań klasyfikacji sygnałów często stosowane są klasyfikatory wykorzystujące sieci neuronowe. Ich popularność wynika z możliwości aproksymacji dowolnej powierzchni decyzyjnej przy jednoczesnej łatwości implementacji. Największym zainteresowaniem spośród wielu rodzajów sieci neuronowych cieszy się sieć jednokierunkowa, wielowarstwowa o neuronach typu sigmoidalnego. Przepływ w tej sieci odbywa się w jednym kierunku od wejścia do wyjścia. Metody uczenia sieci są proste i łatwe do realizacji w praktyce. Problemem w zastosowaniach tego rodzaju sieci do zadań klasyfikacji jest duża ilość danych wzorcowych potrzebna do nauczania sieci. W takich sytuacjach stosowane są sieci neuronowe typu probabilistycznego, często z radialnymi funkcjami aktywacji. Do tej grupy zalicza się sieć neuronowa bazująca na ogólnym równaniu regresji (GRNN).

Ze względu na stosunkowo niewielką ilość danych wzorcowych w eksperymentach LIBS, w pracy zdecydowano się na zastosowanie sieci GRNN do zadania klasyfikacji sygnałów. Dodatkową zaletą tego typu sieci jest łatwość implementacji dodawania kolejnych klas obiektów do zbioru obiektów rozpoznawanych. GRNN jest siecią wielowarstwową (rysunek 7.1.10), zbudowaną z warstwy neuronów wejściowych, warstwy neuronów wzorców, warstwy neuronów sumacyjnych i neuronów wyjściowych (dla każdej ze znanych klas).



Rys. 7.1.10. Struktura wykorzystywanej sieci neuronowej GRNN.

Standardowym zadaniem sieci wielowarstwowych jest przybliżenie funkcji wielu zmiennych tak, aby odwzorować zbiór zmiennych wejściowych na zbiór zmiennych wyjściowych. W tym przypadku aproksymacja jest globalna, ponieważ dokonywana jest dla wielu neuronów naraz. Odmiennym sposobem odwzorowania jest odwzorowanie zbioru wejściowego w wyjściowy polegające na dopasowaniu wielu pojedynczych funkcji aproksymacji do wartości zadanych. W takim przypadku odwzorowanie pełnego zbioru danych jest sumą odwzorowań lokalnych. Zachodzi tutaj aproksymacja lokalna, ponieważ oddziaływanie pojedynczych funkcji bazowych obserwowane jest tylko w wąskim obszarze przestrzenni danych.

Struktura neuronu wzorca pokazana jest na rysunku 7.1.11. Neuron ten realizuje funkcję obliczania odległości *D<sub>i</sub>* wektora *X* od wektorów wzorcowych *X<sub>i</sub>* w przestrzeni m-wymiarowej i obliczenie sygnału aktywacji.



Rys. 7.1.11. Struktura neuronu wzorca w sieci GRNN

W następnych warstwach odbywa się wykonywanie operacji obliczeń wartości wyjściowej funkcji klasyfikującej  $\hat{Y}(X)$ . Każdy z obiektów wzorcowych, reprezentujących klasę, posiada własny neuron wyjściowy. Klasyfikowanie obiektu do określonej klasy odbywa się na podstawie wartości obliczonych dla wszystkich klas. Obiekt zostaje przyporządkowany do klasy o największej wartości  $\hat{Y}(X)$ .

Algorytm rozpoznawania zastosowany w czujniku został poddany testom określającym jego efektywność. Najprostszym sposobem oszacowania skuteczności jest wykonanie dostatecznie dużej liczby pomiarów testowych, a następnie przeprowadzenie jej klasyfikacji z pomocą klasyfikatora, na którym przeprowadzono proces nauczania z wykorzystaniem danych wzorcowych. Procentowa ilość prawidłowych wyników w zbiorze wszystkich wyników testowych określa skuteczność klasyfikatora.

Ocenę całkowitą systemu wykrywania daje wyznaczenie pola powierzchni pod krzywą ROC (Receiver Operating Characteristics) dla opracowanego czujnika. Krzywą taką można wyznaczyć na podstawie wyników uzyskanych w teście krzyżowym klasyfikatora zmieniając poziom decyzji o przynależności badanego materiału do określonej grupy substancji. Jest to proces podejmowania decyzji dychotomicznych. Istotą tego procesu jest reguła bazująca na analizie wartości zmiennej ciągłej *y* względem poziomu progowego *t*.

Przetransformowane do przestrzeni cech dane wejściowe poddawane są klasyfikacji w module klasyfikatora (rysunek 7.1.12), który umożliwia utworzenie sieci neuronowej GRNN dla dowolnie wybranego zbioru cech sygnałów. W oknie głównym modułu zobrazowane są dane w postaci wykresu rozproszenia oraz wartości własne ekstraktora.



Rys. 7.1.12. Okno modułu klasyfikatora.

Oprogramowanie umożliwia ewaluację efektywności *F* utworzonego klasyfikatora, której miarą jest pole powierzchni pod krzywą ROC (Receiver Operating Curve). Przykład wyznaczonej charakterystyki ROC pokazano na rysunku 7.1.13, który przedstawia zależność częstości trafień (HR-hit rate) w funkcji częstości błędów (FR- false rate).



Rys.7.1.13. Charakterystyka ROC dla danych z rysunku 7.1.12.

Sieć neuronowa GRNN tak, jak każda sieć, może być nauczana w celu uzyskania jak najbardziej efektywnego klasyfikowania sygnałów. W przypadku sieci GRNN nauczanie polega na wyznaczeniu optymalnych wartości parametru wygładzania  $\sigma$ . Dla każdej klasy sygnałów wyznaczany jest optymalny wektor  $\vec{\sigma}$ , o długości równej liczbie wymiarów danych wejściowych klasyfikatora. Parametrem podlegającym maksymalizacji jest pole powierzchni pod krzywą ROC (AUC). Ze względu na brak możliwości przedstawienia analitycznego zależności AUC od  $\vec{\sigma}$ , jako metodę poszukiwania  $\vec{\sigma}_{opt}$  zastosowano algorytm genetyczny.

Algorytm analizy sygnałów spektralnych zaimplementowano programowo w języku programowania C# z wykorzystaniem bibliotek numerycznych LAPACK i ARPACK. Wybór języka C# podyktowany był, że jest on środowiskiem programistycznym umożliwiającym efektywne tworzenie programów z graficznym interfejsem użytkownika dla środowiska Windows. C# nie jest jednakże optymalnym narzędziem programowania dla obliczeń numerycznych. Wymagane do obróbki danych spektralnych algorytmy numeryczne musiały zostać zaimplementowane w bardziej efektywnych obliczeniowo językach programowania. W celu jednoczesnego wykorzystania możliwości języka C# oraz szybkości obliczeń Fortranu i klasycznego C, w implementacji programowej wykorzystano wolne biblioteki numeryczne ("opensource"): LAPACK, ARPACK. Z bibliotek tych wykorzystano funkcje mnożenia macierzy i wektorów oraz rozwiązywania zagadnienia własnego macierzy symetrycznych.

Duża ilość danych spektralnych rejestrowanych spektrometrem "echelle" nałożyła wysokie wymagania na komputerowy sprzęt obliczeniowy i środowisko programistycznego. Do obliczeń wykorzystano komputer PC 24-rdzeniowy z 45GB pamięci RAM, wymaganej przez funkcje biblioteki ARPACK i 64-bitowego środowiska obliczeniowego.

#### 7.1.4. Podsumowanie.

Sygnały spektralne zawierają zwykle dużą ilość informacji nadmiarowej, która może znacząco zmniejszyć lub nawet uniemożliwić ich prawidłową klasyfikację. W układach LIBS stosowanych do wykrywania małych ilości materiałów naniesionych na różnego rodzaju podłoża użyteczna informacja może znajdować się tylko we fragmencie widma – w pojedynczej linii lub kilku liniach spektralnych. Pozostałe dane stanowią sygnał zakłócający proces klasyfikacji. Rozwiązaniem tego problemu jest inteligentne zmniejszenie wymiarowości danych, które niesie dodatkową korzyść w postaci zwiększenia efektywności algorytmów obliczeniowych. Najczęściej stosowana metoda redukcji wymiarowości danych przy jednoczesnym zachowaniu maksymalnej ilości informacji jest analiza składowych głównych (PCA). Badania pokazały niezbyt dużą efektywność tej metody w zastosowaniu do sygnałów spektroskopowych uzyskiwanych w układach LIBS. Wynika to z właściwości metody PCA, która transformuje dane wejściowe tak, by zachować jak najwieksza wariancję w przestrzeni transformowanej. W przypadku dużej zmienności amplitud zakłócających linii spektralnych zastosowanie klasycznej metody PCA może doprowadzić do całkowitej utraty informacji użytecznej. Dopiero wprowadzenie do metody PCA elementów nadzorowania procesu poszukiwania optymalnej transformacji danych pozwala na zachowanie informacji użytecznej i odfiltrowanie informacji nadmiarowej. W pracy zaimplementowano metodę ważonej (nadzorowanej) analizy komponentów głównych, która wyznacza transformacje danych zachowująca maksymalna wariancje danych przy jednoczesnym zachowaniu maksymalnych odległości pomiędzy klasami sygnałów. W ten sposób uzyskano efektywny algorytm separacji sygnałów spektralnych pochodzących od różnych obiektów.

W ramach pracy wykonano badania możliwości zdalnego wykrywania materiałów wybuchowych na powierzchniach obiektów. W celu zbadania wpływu parametrów otwartego kanału transmisji sygnałów optycznych na efektywność metody LIBS przeprowadzono analizy oraz badania pracy czujnika dla różnych wartości następujących parametrów atmosfery: temperatury, ciśnienia, wilgotności i widzialności. Badania wykonano dla parametrów atmosfery z zakresu: p=(975-1015)hPa, T=(10-35)°C, H=(10-80)%. Ocenę wpływu warunków atmosferycznych dokonano na podstawie porównania właściwości widm promieniowania plazmy oraz efektywności algorytmu rozpoznania dla eksperymentów przeprowadzonych w odległościach do 50m (czujnik LIBS - badany obiekt).

Osłabianie oraz selektywna filtracja sygnału optycznego powoduje obniżenie efektywności wykrywania. Możliwość skutecznego wykrywania materiałów wybuchowych osiągnięto dzięki zastosowaniu normalizacji sygnałów optycznych wykonywanej przedziałami dla wąskich pasm widmowych. W ten sposób utrzymano stałe relacje intensywności widma w zakresach istotnych dla identyfikacji materiału. Odpowiednio zaprojektowany algorytm normalizacji umożliwił wykorzystanie tej samej macierzy ekstrakcji cech widm promieniowania plazmy rejestrowanego dla małych i dużych odległości od powierzchni badanych obiektów.

Analizy wykazały, że istotnym czynnikiem powodującym obniżenie efektywności czujnika jest osłabienie promieniowania na skutek wzrostu odległości odwrotnie proporcjonalnie do jej drugiej potęgi. Są to zmiany trzy rzędy razy większe od osłabienia wnoszonego przez absorpcję i rozproszenie promieniowania. Istotnym czynnikiem mogą natomiast być względne zmiany kształtu widma wynikające z selektywnych zmian absorpcji, rozpraszania w funkcji długości fali promieniowania. Mogą to być zmiany sięgające kilkudziesięciu procent, w szczególności dla fal z zakresu 200-300nm. Wpływ ten zaobserwowano w trakcie badań dla zakresu najkrótszych fal 200-250nm.

Zastosowanie wzbudzenia dwuimpulsowego, w którym zachodzi chwilowe lokalne osuszenie atmosfery, efektywnie zmniejszyło wpływ pary wodnej znajdującej się w atmosferze na kształt rejestrowanych widm plazmy.

Rezultaty otrzymane dla osiągalnych w pracy warunków atmosferycznych potwierdziły wyniki analiz dla przyjętych modeli propagacji promieniowania przez atmosferę.

Badania wpływu podłoża obejmowały kilka rodzajów materiałów, na których nanoszono warstwę MW w śladowych ilościach. W efekcie dokonano wyboru podzakresu długości fali promieniowania optymalnego do detekcji materiałów wybuchowych. Dla materiałów wybuchowych w postaci spreparowanych próbek o dużej objętości najefektywniejszy, ze względu na wykrycie materiału wybuchowego i odróżnienie go od innych materiałów pochodzenia organicznego okazał się zakres widmowy 200 – 300nm. Dla tego zakresu uzyskano wysoką efektywność wykrywania materiałów wybuchowych również na podłożu pochodzenia organicznego. W zakresie tym występują silne linie emisji węgla, dla których wzajemne relacje amplitud pozwalają identyfikować materiały organiczne.

Ze względu na występowanie linii emisji metali w zakresie UV wykrywanie MW w śladowych ilościach na podłożu metalicznym, szklanym i z tworzywa sztucznego badano w zakresie widzialnym i bliskiej podczerwieni, gdzie występują charakterystyczne dla materiałów organicznych linie emisji prostych cząsteczek CN, C<sub>2</sub>. Dla śladowych ilości materiałów wybuchowych naniesionych na podłoże metalowe (700ng/cm<sup>2</sup>) optymalną separację danych i wykrycie materiału wybuchowego uzyskano dla zakresu 300 – 650nm.

Procedura rozpoznania zagrożenia wymagała zbudowania skutecznego klasyfikatora sygnałów spektroskopowych. W pracy przeanalizowano właściwości kilku rodzaju klasyfikatorów: sieci neuronowej, naiwnego Bayesa, SVM oraz k-najbliższych sąsiadów. Klasyfikator zastosowany w czujniku LIBS powinien charakteryzować się możliwością uogólniania w przypadku niezbyt dużej ilości danych wzorcowych. Najefektywniejszym w sprawdzianie krzyżowym okazał się klasyfikator zbudowany na sieci neuronowej typu probabilistycznego (z radialną funkcją aktywacji neuronów) implementującej ogólne

równanie regresji. Klasyfikator został zaimplementowany w procedurze numerycznej włączonej do oprogramowania.

Rozpoznawanie zagrożenia ze strony nieznanego obiektu związane jest z procedurą podejmowania decyzji o wykryciu lub nie niebezpiecznej substancji – materiału wybuchowego. Procedura ta musi składać się z akwizycji danych spektroskopowych oraz ich dalszej analizy. Akwizycja danych stanowi pierwszy etap rozpoznawania zagrożenia. Badania pokazały, że w typowych warunkach ilość materiału wybuchowego znajdującego się na powierzchni badanego obiektu jest zwykle niewielka, co powoduje konieczność wykonania serii pomiarów dla różnych punktów powierzchni badanego obiektu. Podjęcie decyzji wymaga przeprowadzenia analizy wiarygodności klasyfikacji przeprowadzonej na podstawie uzyskanych danych po każdym impulsie laserowym sondującym powierzchnię badanego obiektu. Zastosowano procedurę poprawy wiarygodności zgodną z prawem Bayesa. Procedura została zaimplementowania w oprogramowaniu sterującym.

W podsumowaniu można stwierdzić, że w wyniku zrealizowania pracy osiągnięto założony cel - opracowanie modelu czujnika, który wykorzystywałby wiedzę o procesach wzbudzania plazmy do ekstrakcji użytecznej informacji z sygnałów spektralnych. Niski poziom mocy promieniowania plazmy gromadzonego przez układ odbiorczy dla odległości do 50m wskazuje, że do budowy systemu zdalnego wykrywania MW, zdolnego do efektywnego wykrywania należy wykorzystać spektrometr wyposażony w detektor ze wzmacniaczem sygnału optycznego.

# 7.2. Modelowanie komputerowe oddziaływań wysokoenergetycznych

#### 7.2.1. Wstęp

Już w połowie lat 80-tych równolegle z pracami eksperymentalnymi w zakresie kumulacji i wybuchowego formowania pocisków rozpoczęto budowę modeli i kodów komputerowych celem wyjaśnienia charakteru i fizyki zachodzących tam zjawisk oraz - w dalszej kolejności - wsparcia prac projektowych. Analizując wymagania jakie musiała spełniać metoda numeryczna aby być przydatną do modelowania zjawisk kumulacyjnych oraz możliwości i moce obliczeniowe ówczesnych komputerów zdecydowano się na budowę oryginalnej metody bazującej na idei tzw. "metody punktów swobodnych", włączając elementy metod eulerowskich i lagrange'owskich i cały szereg własnych oryginalnych rozwiązań. Stosunkowo szybko otrzymano szereg poprawnych fizycznie rozwiązań, co zdecydowało o uznaniu tej metody za bardzo perspektywiczną i rozwijaniu jej praktycznie do dnia dzisiejszego.

Metoda punktów swobodnych jest tzw. metodą bezsiatkową, w której siatka węzłów obliczeniowych jest równocześnie siatką wybranych punktów materialnych, "wmrożonych" w badane, deformujące się ciało. Rozwiązanie dyskretne, czasowo-przestrzenne, na takiej siatce punktów uzyskuje się analizując (zgodnie z równaniami problemu) ich ruch w polu sił od punktów sąsiednich. Punkty sąsiednie względem punktu obliczanego mogą się w trakcie deformacji ciała wymieniać, co daje możliwość badania bardzo dużych deformacji łącznie z fragmentacją ciał. Metoda umożliwia ponadto stawianie warunków brzegowych na ruchomych, krzywoliniowych powierzchniach, zszywanie rozwiązań na kontaktach różnych ośrodków (np. metal - produkty detonacji), wykorzystywanie różnych modeli opisujących zachowanie się ciał stałych, cieczy i gazów, itp.

Metodę punktów swobodnych w swojej klasycznej postaci (warunki brzegowe realizowane za pomocą tzw. siatki punktów fikcyjnych) wykorzystywano praktycznie do około 2001 r. Uzyskano dzięki niej szereg interesujących rozwiązań różnych problemów z zakresu teorii kumulacji, detonacji, przebijania pancerzy prostych i wielowarstwowych (w tym z warstwami ceramicznymi), zderzeń ciał planetarnych, niestabilności sznurów plazmowych, spalania mieszanin gazowych itp.

W ostatnich latach wzrosło zapotrzebowanie na rozwiązanie problemów o bardzo skomplikowanych warunkach brzegowych. Przykłady takich problemów zostaną przedstawione w dalszej części sprawozdania. Metoda punktów swobodnych w dotychczasowej postaci nie nadawała się do ich rozwiązania z powodu niemożliwych do pokonania technicznych problemów związanych ze stawianiem warunków brzegowych, wyznaczaniem linii brzegów itp. W szczególności trudności takie pojawiły się przy próbie budowy kodu komputerowego w przybliżeniu trójwymiarowym przestrzennie.

Aby sprostać pojawiającym się wyzwaniom rozpoczęto w 2001 r. próby zbudowania nowej wersji metody punktów swobodnych, tak aby można ją było efektywnie, bez ingerencji programisty, zastosować do analizy dynamicznych oddziaływań wielu ciał i obiektów wielofazowych o złożonej geometrii.

Przedsięwzięcie to w pełni się powiodło, a nową wersję metody nazwano "metodą znaczników". Sukces "metody znaczników" dla zagadnień dwuwymiarowych przestrzennie (2D) spowodował, że zbudowano również jej wersję trójwymiarową przestrzennie (3D).

Modele matematyczno-fizyczne analizowanych zjawisk zawierają zestawy równań różniczkowych cząstkowych i uzupełniających je związków algebraicznych oraz odpowiednie warunki początkowe i brzegowe. Równania te są z reguły nieliniowe i wielowymiarowe przestrzennie.

Stanowią one matematyczne sformułowanie praw zachowania i związków naprężeń z odkształceniami. Związki algebraiczne opisują natomiast empiryczne własności materiałowych (np. równania stanu).

W sprawozdaniu przedstawione zostaną wybrane i przykładowe rozwiązania uzyskane na bazie tych modeli. Z konieczności będą to więc tylko niewielkie fragmenty grup prac własnych i powstałych we współpracy z ośrodkami zewnętrznymi( WITU, WITI, PW, PG ) a zawierających wyczerpujące analizy fizyki badanych zjawisk i optymalizację rozwiązań konstrukcyjnych.

### 7.2.2. Wybuchowe formowanie pocisków

Ładunek kumulacyjny formujący z wkładki kumulacyjnej jedno ciało (pocisk) napędzone do dużej prędkości (rzędu 2÷3 km/s) nazywamy ładunkiem do wybuchowego formowania pocisków, a sam pocisk – wybuchowo uformowanym pociskiem (EFP – Explosively Formed Projectile). Ładunki te są jednym z najnowszych typów broni przeciwpancernych. Pojedynczy pocisk w takim ładunku powstaje tylko wówczas gdy gradient prędkości masowej wzdłuż promienia wkładki jest na tyle mały, że nie powoduje jej rozerwania na fragmenty, a z drugiej strony na tyle duży, że ukształtuje materiał wkładki w postaci ciała odpowiednio wydłużonego i aerodynamicznego.



Rys. 7.2.1. Wyniki modelowania komputerowego w wersji 3D zjawiska wybuchowego formowania pocisków przeprowadzonego dla ładunku testowego. Początkowa faza procesu – intensywne oddziaływanie produktów detonacji z wkładką i obudową

Zaprojektowanie optymalnej konstrukcji ładunku EFP jest bardzo trudne i wymaga przeprowadzenia dużej serii prac teoretyczno-eksperymentalnych. Ponadto należy dodać, że proces wybuchowego formowania pocisków jest bardzo "wrażliwy" na wszelkiego rodzaju niejednorodności materiałowe, niedokładności wykonania i montażu elementów. Badania teoretyczne wspierające prace eksperymentalne nad ładunkami EFP również muszą być odpowiednio zaawansowane



Rys. 7.2.2. Wyniki modelowania komputerowego w wersji 3D zjawiska wybuchowego formowania pocisków przeprowadzonego dla ładunku testowego. Końcowa faza procesu formowania EFP. Przedstawiono porównanie rozwiązania uzyskanego przy pomocy kodu 2D (rysunki w lewej kolumnie) z rozwiązaniem 3D (rysunki w prawej kolumnie)

Aktualnie z reguły sprowadzają się one do budowy i eksploatacji kodów komputerowych 2D i 3D mogących uwzględniać łącznie złożone procesy detonacji materiału wybuchowego, oddziaływania produktów detonacji na wkładkę i obudowę ładunku oraz wykorzystać najnowsze zdobycze w zakresie modelowania własności dynamicznie deformowanych materiałów. Na rysunkach 3.1 - 3.3 przedstawiono wybrane wyniki pracy dotyczące badania wpływu parametrów i niejednorodności technologicznych na kształty i stabilność pocisków na torze lotu [1].

WIDOK Z BOKU	WIDOK Z TYŁU	CECHA WKŁADKI	SZCZEGÓLNA CECHA POCISKU
		wariant optymalny	-
		wkładka o zmniejszonym (o 180 []m) promieniu krzywizny od strony czoła ładunku	fragmentacja na dwie części
		wkładka o zmniejszonym (o 20%) ε <sup>pk</sup>	fragmentacja na trzy części
		wkładka o zmniejszonym (o 20%) ɛ <sup>pkr</sup> we fragmencie wkładki	-
		wkładka z wprowadzoną początkową deformacją plastyczną (ε <sup>pk</sup> =0.2)	-
		wkładka o obniżonej (o 30%) wartości naprężenia progowego na powstawanie szczelin	-
		wkładka o zwiększającej się asymetrycznie grubości wzdłuż osi y	koziołkowanie w locie
		wkładka z nacięciami od. strony czoła ładunku	uformowanie się "lotek"
		wkładka osadzona w obudowie z występem	pocisk na granicy rozerwania

Rys. 7.2.3. Wyniki modelowania komputerowego w wersji 3D zjawiska wybuchowego formowania pocisków. Obliczenia wykonano dla ładunku z obudową stalowo – aluminiową. Porównanie kształtów EFP dla wkładek charakteryzującymi się niewielkimi odstępstwami parametrów w stosunku do przypadku bazowego

Wyniki wielu prac teoretycznych z tego zakresu zostały wykorzystane w badaniach i optymalizacji ładunków EFP o różnych kalibrach i rozmaitym przeznaczeniu wojskowym. Prace w tym zakresie prowadzono we współpracy z WITU, WITI, zakładami PRESSTA i MESKO [1].

#### 7.2.3. Formowanie strumieni kumulacyjnych

Poniżej przedstawiono przykładowy fragment rozwiązania problemu formowania strumienia kumulacyjnego z wkładki o krzywoliniowym kształcie. Wkładki tego typu dają większe możliwości optymalizacji parametrów strumienia w stosunku do wkładek stożkowych.



Rys. 7.2.4. Wyniki analizy numerycznej generacji strumienia kumulacyjnego w ładunku z wkładką o kształcie "gruszkowym". Stan początkowy



Rys. 7.2.5. Wyniki analizy numerycznej generacji strumienia kumulacyjnego. Na rysunku zaznaczono rozkład ciśnienia w produktach detonacji za frontem fali, w chwili t=10 μs, zgodnie z zamieszczoną skalą



Rys. 7.2.6. Początkowa faza procesu kumulacji – intensywne oddziaływanie fali detonacyjnej na miedzianą wkładkę kumulacyjną. Na rysunku zaznaczono rozkład ciśnienia w produktach detonacji za frontem fali, w chwili t=20 μs, zgodnie z zamieszczoną skalą



Rys. 7.2.7. Kolejna faza procesu – intensywne oddziaływanie produktów detonacji na miedzianą wkładkę kumulacyjną. Na rysunku zaznaczono rozkład ciśnienia w produktach detonacji , w chwili t=35 μs



Rys. 7.2.8. Wynik analizy numerycznej procesu generacji strumienia kumulacyjnego w fazie jego inercyjnego rozciągania. Zaznaczono rozkład gęstości w strumieniu w chwili t=60 μs



Rys. 7.2.9. Końcowy stan rozciągniętego i fragmentującego się strumienia. Zaznaczono rozkład prędkości masowej oraz gęstości w strumieniu w chwili t=130 μs

Wyniki pracy wykorzystano w pracach prowadzonych w WITU .
#### 7.2.4. Uderzenia pocisków w osłony szklane i ceramiczne

Praca, której fragment zilustrowano poniżej poświęcona była teoretycznym aspektom zjawiska niszczenia osłon szklanych i ceramicznych przez różnego rodzaju pociski. Osłony szklane są stosowane w wielu typach pojazdów (naziemnych, nawodnych, latających) lub pomieszczeń i mają za zadanie umożliwić znajdującym się nich ludziom obserwację otoczenia, jednocześnie chroniąc przed uderzeniami pocisków lub odłamków. Problematyka budowy osłon szklanych i ceramicznych o wysokich własnościach ochronnych jest bardzo aktualna, a prace w tej dziedzinie są intensywnie rozwijane na całym świecie.

Z teoretycznego punktu widzenia materiały szklane i ceramiczne łączy to, że są to ośrodki, które z dobrym przybliżeniem można opisywać modelami ciał sprężysto-kruchych. Obszar odkształceń plastycznych (analogiczny jak w metalach) jest dla tych ciał pomijalnie mały. W modelach teoretycznych często wylicza się formalnie odpowiednik deformacji plastycznej, ale tylko jako pewną miarę stopnia zniszczenia struktury ciała kruchego.

W pracy zweryfikowano wyniki teoretyczne z eksperymentalnymi dla przebijanych stalowymi pociskami tarcz szklanych i ceramicznych. Mówiąc o wynikach eksperymentalnych mamy na myśli odzyskane po strzale tarcze oraz fotografie kadrowe ilustrujące dynamikę procesu przebijania i rozprzestrzeniania się magistral pęknięć wykonane przy użyciu superszybkiej kamery elektronowooptycznej. Pokazano przy tym, że porównywanie wyników teoretycznych i eksperymentalnych jest skuteczną metodą określania niemierzalnych innymi metodami współczynników modelowych (stałe w opisie granicy sprężystości, stałe w modelu rozwoju szczelin itp.).



Vcm3/g: 0.0005 0.0015 0.0025 0.0035 0.0045 0.0055

Rys. 7.2.10. Przykładowe, czasowe sekwencje rozwoju procesu pękania płytki szklanej pod wpływem uderzenia w nią stalowej kulki. Vc – objętość właściwa szczelin

## Eksperyment



Rys. 7.2.11. Porównanie czasowej sekwencji zdjęć wykonanych kamerą elektronowooptyczną z wynikami symulacji komputerowych uzyskanych dla różnych kombinacji parametrów  $\alpha_1$  i  $\alpha_2$  (warianty W1 – W3, tabela 7.3)

Metoda punktów swobodnych bardzo dobrze nadaje się do modelowania procesów dynamicznego niszczenia ciał kruchych, a w szczególności szkieł i ceramik. Jakość i dokładność modelowania jest wystarczająca do badania efektów fizycznych i dla wspomagania prac inżynierskich. Wyniki modelowania będą się istotnie poprawiać w miarę zwiększania możliwości prowadzenia obliczeń na siatkach o większych gęstości węzłów obliczeniowych.

W pracy pokazano również jak można na podstawie wyników symulacji oceniać wpływ parametrów materiałowych na własności ochronne osłon. Mogą to być istotne informacje dla konstruktorów osłon i pancerzy oraz stanowić element łączący prace teoretyczne i technologiczne.

#### 7.2.5. Uderzenia pocisków w pancerze stalowe i kompozytowe

W ramach współpracy z WITU zbudowano i zweryfikowano szereg modeli i kodów komputerowych do analizy zjawisk przebijania pancerzy stalowych i stalowo-ceramicznych wolframowymi pociskami podkalibrowymi [5,6]. Na poniższych rysunkach pokazano przykładowe rozwiązania tych problemów.



Rys.7.2.12a. Stan początkowy układu: wolframowy pocisk podkalibrowy-tarcza stalowa RHA. Prędkość pocisku – 1550m/s



Rys. 7.2.12b. Początek procesu wnikania pocisku w tarczę.  $\varepsilon^{p}$  – ekwiwalentna deformacja plastyczna



Rys. 7.2.12c. Wnikanie pocisku w tarczę c.d.



Rys. 7.2.12d. Końcowa faza tworzenia krateru. Zatrzymanie pozostałości pocisku w kraterze. T – temperatura krateru i pozostałości pocisku



Rys. 7.2.13a. Stan początkowy układu: wolframowy pocisk podkalibrowy-tarcza ceramiczno (alumina)-stalowa (RHA). Prędkość pocisku – 1790 m/s



Rys. 7.2.13b. Początek procesu wnikania pocisku w tarczę



Rys.3.13c. Końcowa faza tworzenia krateru

Wyniki prac w tym obszarze pozwoliły na określenie stałych materiałowych wykorzystywanej w badaniach krajowych stali pancernej RHA, spieku wolframowego i ceramiki(alumina). Ponadto po określeniu tych stałych wykonano szereg symulacji mających na celu określenie wpływu różnych modyfikacji konstrukcji pocisku na głębokość przebicia tarczy.

#### 7.2.6. Niszczenie min morskich ładunkami kumulacyjnymi

W pracy zaproponowano i zoptymalizowano konstrukcję głowicy kumulacyjnej do urządzenia GŁUPTAK służącego do niszczenia min morskich. Głowica ma specjalnie dobraną hemisferyczną wkładkę kumulacyjną, tak aby strumień odłamków poprzez warstwę wody i obudowę miny wniknął do jej środka i wywołał detonację zawartego w niej materiału wybuchowego.



Rys. 7.2.14. Model ładunku kumulacyjnego usytuowanego przed warstwą wody i obudowy miny



Rys.7.2.15. Symulacja procesu tworzenia strumienia odłamków i przebijania obudowy miny



Deformed 5 mm steel plate of the water tank

Deformed 1 mm steel witness plate



Rys. 7.2.16. Teoretyczno-eksperymentalna weryfikacja wyników modelowania

Konstrukcja głowicy umożliwiła osiągnięcie dwóch podstawowych celów projektu, czyli wrzucenie do wnętrza miny chmury odłamków w szeroki kąt rażenia i jednocześnie odpowiednio szybkich, tak aby były one w stanie pobudzić do detonacji każdy materiał wybuchowy. Pracę wykonano we współpracy z PG.

#### 7.2.7. Badanie właściwości wytrzymałościowych tantalu

Znajomość charakterystyk wytrzymałościowych materiałów przy dużych szybkościach odkształceń ma istotne znaczenie przy komputerowo wspomaganym projektowaniu różnego rodzaju głowic wybuchowych. Szczególnie ważna jest ta wiedza przy analizach optymalizacyjnych ładunków do wybuchowego formowania pocisków. Ładunki do wybuchowego formowania pocisków (EFP) są głównym elementem wielu najnowszych typów broni przeciwpancernych.

Problem zwiększenia głębokości przebicia pancerza pociskami EFP można rozwiązywać metodą optymalizacji konstrukcji ładunku oraz zastosowania na wkładkę kumulacyjną nowych materiałów. W tradycyjnych konstrukcjach opartych na wkładkach miedzianych lub żelazie armco osiągnięto już graniczne wielkości przebić rzędu 0.8-1 kaliber wkładki. Już kilkanaście lat temu w uznanych laboratoriach światowych rozstrzygnięto, że najlepszym materiałem na wkładkę jest TANTAL. Ma on bowiem własności wytrzymałościowe pozwalające na uzyskiwanie wydłużonych pocisków o aerodynamicznych kształtach, a gęstość tantalu jest ponad dwukrotnie większa od gęstości żelaza armco. Pozwala to na zwiększenie głębokości przebić tantalowymi pociskami EFP o około 30% w stosunku do pocisków z żelaza armco.

Aby być dobrze przygotowanym do projektowania ładunków EFP z wkładkami tantalowymi trzeba posiadać sprawdzone i zweryfikowanych z eksperymentem modele wytrzymałościowe tantalu. W literaturze można znaleźć tylko podstawowe informacje dotyczące równania stanu, granicy plastyczności i modułu ścinania. Nie ma natomiast żadnych informacji odnośnie stałych do modelu powstawania i wzrostu objętości szczelin oraz modelu określającego wpływ szczelin na spadek własności wytrzymałościowych czyli brak minimum sześciu współczynników niemierzalnych bezpośrednio w eksperymencie, a mających podstawowe znaczenie przy modelowaniu granicznie wydłużonych pocisków. W ramach niniejszej pracy wykonano badania teoretyczno-eksperymentalne mające na celu wyznaczenie wszystkich brakujących charakterystyk materiałowych tantalu.

Przedmiotem badań eksperymentalnych było zjawisko przebijania niewielkich, cienkich tarcz metalowych przez odpowiednie pociski lub deformacja metalowych pocisków na tarczach plastycznie nieodkształcalnych (tzw. test Taylora). Poniżej przedstawimy wybrane fragmenty prac teoretycznych i eksperymentalnych w tym obszarze.



Rys. 7.2.17. Wyniki symulacji komputerowej wyhamowywania tantalowego pocisku na nieodkształcalnej przegrodzie w teście Taylora dla wariantu optymalnie dobranych wartości modelu Johnsona-Cooka: A = 0,61 GPa i B = 0,9 GPa. Prędkość uderzenia pocisku 175 m/s. Sekwencja czasowa pokazująca zmianę deformacji plastycznej w pocisku

Sprawozdanie naukowe Instytutu Optoelektroniki WAT za lata 2010 - 2012



Rys. 7.2.18. Porównanie kształtu wyhamowanego, tantalowego pocisku w teście Taylora (różowa krzywa przerywana). W rozwiązaniu numerycznym naniesiono izolinie ekwiwalentnej deformacji plastycznej ε<sup>p</sup>. Wyznaczone wartości współczynników: A=0,61 GPa, B=0,9 GPa



Rys. 7.2.19. Wyniki symulacji komputerowej zjawiska uderzenia tantalowego pocisku w tantalową tarczę. Prędkość uderzenia pocisku 175 m/s, grubość tarczy 2 mm.

Wartości współczynników w modelu J-C przyjęto takie jak optymalnie dobrane po teście Taylora. Na rysunku naniesiono wartości ekwiwalentnej deformacji plastycznej w pocisku i tarczy zgodnie z zamieszczoną skalą



Rys. 7.2.20. Porównanie kształtu wyhamowanego pocisku tantalowego i zniekształconej tarczy tantalowej w teście zderzeniowym (lewa strona rysunku) z profilem uzyskanym w symulacjach komputerowych ( prawa strona rysunku). Wartości współczynników: w modelu J-C przyjęto takie jak optymalnie dobrane w teście Taylora.

Za najważniejsze osiągnięcie pracy należy uznać nie tyle wyznaczenie konkretnych wartości liczbowych współczynników modeli wytrzymałościowych, co przetestowanie i zaproponowanie całego, eksperymentalno-teoretycznego systemu ich określania i weryfikacji. Zaproponowana metodologia może być szybko i efektywnie wykorzystana do badań dynamicznych własności różnych dostępnych stopów na bazie tantalu lub dowolnych metali i stopów.

#### 7.2.8. Oddziaływanie impulsów laserowych z materią

W obszarze inżynierii materiałowej, jednym z ważnych zagadnień jest świadoma modyfikacja powierzchni różnych materiałów, np. wytwarzanie mikro- i submikrometrowych struktur. Powierzchnie ciał stałych mogą być w różny sposób modyfikowane, aby spełniały fizyczne, chemiczne lub mechaniczne wymagania, takie np. jak odporność na ścieranie, zmniejszanie oporów przepływu, zmiana właściwości tribologicznych, zmniejszanie współczynnika odbicia światła lub ochrona przed korozją.

W pracy pokazano zastosowanie metody punktów swobodnych do modelowania powstawania submikronowych wyżłobień w warstwie aluminium naniesionej na szkło kwarcowe pod wpływem oddziaływania na próbkę strumieni promieniowania laserowego. Model matematyczno-fizyczny zjawiska w stosunku do poprzednich prac wzbogacono o efekty pochłaniania promieniowania, przewodnictwa cieplnego, transportu promieniowania, jonizacji itp. Rozbudowano kod komputerowy również w taki sposób aby możliwe było modelowanie pochłaniania promieniowania na nieregularnej sieci węzłów obliczeniowych [9,10]. Poniżej pokazano przykładowy wynik symulacji komputerowej zjawiska oddziaływania dwóch i trzech wiązek laserowych na podłoże aluminiowe.



Rys. 7.2.21. Początkowe usytuowanie prążków interferencyjnych – "wiązek laserowych" na powierzchni tarczy



Rys.7.2.22. Wyniki obliczeń numerycznych rozkładu temperatury, w 400 nm warstewce Al w trakcie trwania impulsu laserowego. Gęstość mocy w impulsie laserowym 9·10<sup>8</sup> W/cm<sup>2</sup>. Na górze każdego rysunku przedstawiono aktualną niezaabsorbowaną "część" impulsu



Rys.7.2.33. Wyniki obliczeń numerycznych powstałych kraterów, w 400 nm warstewce Al po zakończeniu czasu trwania impulsu laserowego





Opracowany model numeryczny wykazuje dużą uniwersalność i poprawnie pokazuje jakościowoilościowe zachowanie się naświetlanego obiektu. Może być wykorzystany podczas opisu jednoczesnego oddziaływania wielu wiązek laserowych z próbką, w dowolnych przedziałach czasu i w dość szerokim zakresie wykorzystywanych gęstości mocy impulsów laserowych. Według wiedzy autorów jest to pierwsze tego typu podejście do numerycznego rozwiązania procesu ablacji materiału tarczy podczas jednoczesnego jej oświetlenia wieloma impulsowymi wiązkami laserowymi dużej mocy, sąsiadującymi ze sobą.

Pokazany powyżej przykład pozwala na szybką ocenę minimalnej odległości wiązek laserowych, tak aby wyżłobienia nie zachodziły na siebie przy danych parametrach impulsów.

# 8. Metody monitoringu obiektów infrastruktury krytycznej z wykorzystaniem wielowidmowych systemów optoelektronicznych

Istotnym zagadnieniem w zapobieganiu aktom terrorystycznym jest zapewnienie skutecznego wielospektralnego i multisensorowego monitoringu przewidzianego do zabezpieczenia otwartych przestrzeni chronionego obszaru.

Biorąc pod uwagę np. lokalizację rozległość terytorialną baz wojskowych, obszary lotnisk, pasów granicznych czy położenie portów morskich można stwierdzić, iż istotnym zagrożeniem mogą być ataki terrorystyczne powodujące ich zablokowanie lub spowodowanie niebezpieczeństwa dla życia ludzkiego.

Innym rodzajem zagrożenia jest atak na rozlokowane w otwartych przestrzeniach elementy infrastruktury krytycznej, takie jak: zbiorniki paliwa czy gazu, miejsca przeładunku ropy naftowej, zaplecza sanitarne obiektów, terminale pasażerskie i inne, które mogłyby spowodować ogromne straty materialne oraz wpłynęłyby niekorzystnie na funkcjonowanie całego regionu i państwa. Do aktu zagrożenia terrorystycznego należy też zaliczyć możliwość niekontrolowanego wniesienia materiałów niebezpiecznych (broń, materiały wybuchowe itp.) na pokład samolotów lub statków. Zadaniem wspólnym dla jednostek zarządzania kryzysowego, administracji miejskiej, władz lokalnych jest profilaktyka i zwalczanie tych ewentualnych zagrożeń.

Wychodząc naprzeciw działaniom antykryzysowym przedstawiamy trzy metody optoelektroniczne do wykrycia zagrożeń terrorystycznych:

- 1. Zintegrowany System Fotografii Laserowej.
- 2. Terahercową metodę wykrycia ukrytych materiałów niebezpiecznych.
- 3. Zintegrowany, wieloczujnikowy system do nawodnej i podwodnej ochrony portu morskiego.

# 8.1. Fotografia laserowa - wizualizacja informacji przestrzennej

## 8.1.1. Wstęp

Nowoczesne systemy wizyjne charakteryzują się bardzo dużymi możliwościami obserwacyjnopomiarowymi i odgrywają istotną rolę we współczesnych systemach informacyjnych. Jedną z ciekawych grup urządzeń obrazujących są tzw. kamery ToF (time-of-flight camera). Cechą charakterystyczną tych aktywnych urządzeń obrazujących jest możliwość pozyskiwania informacji o odległości do obiektów. Istnieje oczywiście kilka rozwiązań kamer ToF. Jedna z metod tzw. Range Gated Imaging umożliwia realizację selektywnego obrazowania przestrzeni. Szczególna własność metody polega na możliwości rejestracji obrazu dla definiowanej odległości i głębokości przestrzeni. Uzyskiwane obrazy nie są więc jedynie rzutem przestrzeni dla określonego zakresu kątowego obserwacji, ale stanowią reprezentację ściśle zdefiniowanego trójwymiarowego fragmentu przestrzeni. Rozdzielczość przestrzenna tego typu rozwiązań uzależniona jest od parametrów czasowych oświetlacza i modułu detekcji. Zasięg jest ściśle związany z warunkami propagacji fali elektromagnetycznej. Przykładowo dla standardowych warunków atmosferycznych w przypadku użycia wysokoenergetycznych nanosekundowych impulsów laserowych możliwe jest obrazowanie na odległościach nawet powyżej 1 km przy rozdzielczości przestrzennej poniżej 1.5 m.

Powyższe własności wskazują na niespotykane możliwości rozwiązań ToF zarówno w zakresie obrazowania (większa kontrastowość obrazów i minimalizacja wpływu np. czynników atmosferycznych na jakość uzyskiwanego obrazu dzięki selektywnej przestrzennie obserwacji) jak i pomiarowych co przejawia się m.in. w możliwości wymiarowania obiektów a nawet trójwymiarowego modelowania obserwowanej sceny.

Od kilku lat w IOE-WAT rozwijana jest nowatorska technologia pozyskiwania obrazu nazwana przez autorów Fotografią Laserową. Celem prowadzonych prac jest dostarczenie innowacyjnej technologii mającej na względzie podniesienie skuteczności monitoringu obszarów o szczególnym znaczeniu dla obronności i bezpieczeństwa, jak i szeroko pojętej gospodarki, w tym także efektywności działań jednostek prowadzących akcje w zakresie poszukiwania i ratownictwa (SAR).

Działanie kluczowego elementu systemu wizyjnego bazuje na tzw. metodzie kadrowania przestrzenno-czasowego, która stanowi jedno z najnowocześniejszych rozwiązań w zakresie technik obrazowania, łącząc w sobie: możliwości rozdzielcze klasycznych systemów wizyjnych, zmniejszoną wrażliwość na panujące warunki oświetleniowe i pogodowe jak w systemach termowizyjnych oraz możliwość przestrzennej interpretacji obserwowanej sceny (modelowanie 3D), co oferują rozwiązania radarowe. Podstawowym komponentem systemu jest kamera obserwacyjno-pomiarowa wykorzystująca technologię range-gated active imaging.

## 8.1.2. Metoda kadrowania przestrzenno-czasowego

Kluczowym elementem szeregu stosowanych obecnie technologii związanych z obrazowaniem są tzw. parametry charakterystyczne metody. To one w głównej mierze decydują o możliwościach pomiarowych i potencjalnym przeznaczeniu metody pomiarowej. W proponowanym rozwiązaniu tymi parametrami charakterystycznymi są: sposób oświetlania scenerii (krótko-czasowe impulsy laserowe  $T_i \sim 10^{-8}$  s) oraz stosowana metoda detekcji promieniowania - szybka migawka  $T_D \sim 10^{-8}$  s. Funkcjonowanie metody oparte jest na precyzyjnym doborze odpowiednich relacji czasowych między emitowaną i detekowaną wiązką fali E-M propagującej się w przestrzeni pomiarowej z prędkością c ~  $3 \cdot 10^8$  m/s. Z podstawowej zależności  $R=c \cdot T$  wiążącej przebytą drogę R wiązki pomiarowej w funkcji czasu T, jednoznaczne wynika, że istnieje możliwość rejestracji informacji obrazowej ze ściśle

określonego fragmentu przestrzeni i w ściśle określonym przedziale czasowym. Fakt wykorzystywania promieniowania laserowego oraz ścisłej zależności czasu i przestrzeni obrazowania legła u podstaw nazewnictwa proponowanej metody jako kadrowanie przestrzenno-czasowe, fotografia laserowa, metoda aktywnego podświetlania lub po prostu metoda RT. Aby lepiej zrozumieć ideę kadrowania przestrzenno-czasowego można się posłużyć przykładem przedstawionym na rys. 8.1.1.



Rys. 8.1.1. Interpretacja obowiązujących relacji przestrzennych i czasowych na zdjęciu - "Zachód słońca".

Typowe zdjęcie (tzw. pamiątka z wakacji) wykonane przy użyciu klasycznego aparatu fotograficznego prezentujące m.in. zachód słońca może w bardzo prosty sposób wyjaśnić problem czasu i przestrzeni obrazowania. Zidentyfikowane na zdjęciu obiekty (1,2,3,4) pochodzą z bardzo szerokiego tzw. kadru przestrzenno-czasowego tzn. ich rozpiętość w sensie przestrzeni i czasu obrazowania np. pomiędzy postacią zarejestrowaną na zdjęciu oraz tarczą zachodzącego słońca jest bardzo duża i wynosi odpowiednio  $\Delta R \sim 1.5 \cdot 10^{11} m$ ,  $\Delta T \sim 5.0 \cdot 10^2 s$ . Są to oczywiście klasyczne własności tradycyjnej fotografii, ale jednocześnie stanowią one pewien problem dla specyficznych zastosowań pomiarowych a dotyczących możliwości pozyskiwania informacji selektywnej w sensie przestrzennym. Przedstawione powyżej rozważania nasuwały oczywiście pytanie czy w związku z tym istnieje możliwość zawężenia tzw. horyzontu czasowego i przestrzennego możliwego do zarejestrowania na pojedynczym zdjęciu. Dzięki dostępności na rynku stosownych technologii optoelektronicznych możliwa stała się realizacja projektu.

Klasyczna fotografia bardzo "ogólnie" traktuje kwestię przestrzeni i czasu obrazowania. Informacja obrazowa zarejestrowana w pojedynczym kadrze stanowi pewien sposób uchwycenia fragmentu przestrzeni  $R^3$  w "chwili" czasowej T (mało precyzyjnie określonej z punktu widzenia pomiarowego). Główna uwaga koncentruje się na samej możliwości akwizycji scenerii będącej wynikiem rzutowania przestrzeni  $R^3$  (ograniczonej jedynie kątowym polem widzenia optyki) na płaszczyznę obrazową rejestratora optycznego. Z punktu widzenia m.in. systemów informacji przestrzennej cenną własnością byłaby "umiejętność" wpływania na obserwowaną przestrzeń w znacznie szerszym zakresie np. poprzez możliwość ustalania głębokości  $\Delta R = R_2 - R_1$  i odległości  $R_1$  do rejestrowanego fragmentu obserwowanej scenerii rys. 8.1.2.



Rys. 8.1.2. Porównanie fotografii a) tradycyjnej, b) przestrzenno-czasowej.

Proponowane rozwiązanie umożliwia właśnie realizację tak zdefiniowanego zadania. Aby jednak wyjaśnić kwestię pewnych różnic miedzy "tradycyjną" fotografią a kadrowaniem przestrzennoczasowym należy szczegółowiej przyjrzeć się wybranym kwestiom dotyczącym charakteru oświetlenia jaki i sposobom detekcji wykorzystywanym w systemach akwizycji obrazów rys. 8.1.3.



Rys. 8.1.3. Wpływ oświetlenia i czasu detekcji na rejestrowany obraz.

W tradycyjnej fotografii wykorzystywane jest najczęściej oświetlenie naturalne bądź sztuczne o charakterze ciągłym lub quasi-ciągłym. Moment detekcji promieniowania nie odgrywa w takim przypadku istotnego znaczenia. Oczywiście wykorzystanie np. lampy błyskowej wymaga synchronicznej pracy układu oświetlacz-detektor jednak obowiązujące relacje czasowe w całym procesie akwizycji (np. czas detekcji promieniowania tzw. migawka  $t_D > 10^{-5}$ ) są o kilka rzędów dłuższe niż te przewidziane dla metody aktywnego podświetlania. Szereg z zagadnień dotyczących akwizycji

obrazu jest identyczna jak przy innych klasycznych metodach. Jednak są i takie aspekty czasowe i energetyczne, które wymagają szerszego wyjaśnienia.



#### Parametry czasowe Fotografii Laserowej



Podstawowe zależności czasowe:

Przedział czasowy rejestrowanych zdarzeń	$\Delta t = 0.5(T_d + T_i)$	(8.1.1)

$_{nin} = 0.5 \cdot c \cdot I_w \tag{8.1}$	2
n	$_{in} = 0.5 \cdot c \cdot T_w \tag{8.1}$

Głębokość pola obserwacji  $\Delta L = 0.5 \cdot c \cdot (T_d + T_i)$  (8.1.3)

W rozwiązaniu sprzętowym zamiast czasu Tw użyto czasu To

$$T_o = T_w + T_i \tag{8.1.4}$$

Na podstawie powyższych zależności widać, że definiowanie odległości i głębokości pola obserwacji może być realizowane na wiele sposobów w zależności od czasów T<sub>i</sub>, T<sub>o</sub> i T<sub>d</sub>. Przykładowe realizacje kadrowania w wariantach T<sub>i</sub> < T<sub>d</sub>. oraz T<sub>i</sub> > T<sub>d</sub> przedstawiono na rys . 8.1.5. 8.1.6. Pozornie jest to ten sam kadr RT. W sensie przestrzennym rzeczywiście tak jest jednak jego rejestracja odbywa się w innych przedziałach czasowych w odniesieniu do początku czasu trwania impulsu oświetlacza.

Z punktu widzenia pozyskiwania informacji przestrzennej nie ma to większego znaczenia. Jednak poza "rozbieżnością czasową" te dwie rejestracje różnicuje również "efekt deficytu energetycznego" w wariancie  $T_i > T_d$ . Zjawisko to zostanie omówione przy prezentacji parametrów energetycznych metody.



Rys. 8.1.5. Akwizycja z parametrami:  $T_i=10$  ns;  $T_o=100$  ns;  $T_d=20$  ns



Rys. 8.1.6. Akwizycja z parametrami: T<sub>i</sub>=20 ns; T<sub>o</sub>=110 ns; T<sub>d</sub>=10 ns

#### Weryfikacja metody

a) Zmiana odległości obserwacji



Rys. 8.1.7. Scena pomiarowa



Rys. 8.1.8 Rezultaty testowania metody w zakresie zmian odległości do obserwowanej sceny

#### b) Zmiana głębi obserwacji





Rys. 8.1.9. Scena pomiarowa





Rys. 8.1.10. Rezultaty testowania metody w zakresie zmian głębokości obserwowanej sceny

#### Parametry energetyczne Fotografii Laserowej

W tradycyjnej fotografii wykorzystujemy naturalne (czasami sztuczne) I<sub>A</sub> oświetlenie sceny. Poziom tego oświetlenia, czułość odbiornika i czas detekcji decydują o jakości rejestrowanego obrazu. W metodzie kadrowania przestrzenno-czasowego oświetlenie naturalne jest czymś pasożytniczym i powinno być minimalizowane co realizuje się za pomocą filtracji spektralnej  $\Delta\lambda$ . Kluczową rolę odgrywa natomiast promieniowanie I<sub>B</sub> którego źródłem jest nadajnik/oświetlacz. Ta część promieniowania, która po przejściu zdefiniowanej drogi pomiarowej L+dL, dociera do odbiornika (w momencie otwarcia migawki) uczestniczy w tworzeniu obrazu. Własności energetyczne towarzyszące procesowi akwizycji można opisać ogólną zależnością:



Rys. 8.1.11. Własności energetyczne metody w procesie akwizycji obrazu

Charakterystyczną rzeczą jest to, że przestrzenne (dL) doświetlenie sceny nie jest równomierne. Schematycznie przedstawiono to na rys 8.1.11.



Rys. 8.1.12. Parametry czasowe i energetyczne kadru RT

# Weryfikacja metody

a) efektywność wykorzystania energii oświetlacza - Obiekt: (tablica testowa) na odległości 4m Test z wykorzystaniem lasera półprzewodnikowego 850nm: Ti=15ns



Rys. 8.1.13. Stanowisko testowe do badań efektywności wykorzystania energii oświetlacza Td=3ns Td=20ns



Rys. 8.1.14. Wynik: krótszy czas detekcji - rejestrowana energia jest na poziomie ok. 30%.

# 8.1.3. Urządzenie fotografii laserowej - system obserwacyjny

Według metody kadrowania przestrzenno-czasowego urządzenie realizujące funkcje obserwacyjno-pomiarowe składa się z trzech podstawowych modułów: oświetlacza, akwizycji obrazu oraz sterownika. Schemat blokowy Urządzenia Fotografii Laserowej przedstawiono na rys. 8.1.15.



Rys. 8.1.15. Schemat blokowy Urządzenia Fotografii Laserowej

Konstrukcję opracowanego wspólnie z firmą HARDsoft Urządzenia Fotografii Laserowej przedstawiono na rys. 8.1.16. Po prawej stronie przedniego panelu na stałe zamocowane zostały dwa półprzewodnikowe oświetlacze laserowe po lewej natomiast kamera z widocznym oknem do mocowania obiektywu (typ F). Na panelu tylnym zamieszczono wszystkie potrzebne konektory do podłączenia zasilania, sterowania i komunikacji UFLa z urządzeniami zewnętrznymi.

Przeznaczenie konektorów na panelu tylnym:

sekcja zasilania.

## Zasilanie – złącze zasilacza 24V/5A.

I/O – włącznik i wyłącznik zasilania UFL. Jednorazowe przyciśnięcie powoduje włączenie zasilania wszystkich komponentów UFL, uruchomienie systemu Windows 7, (nie jest uruchamiany program obsługi UFL). Ponowne przyciśnięcie powoduje najpierw zamknięcie systemu Windows 7, a następnie wyłączenie zasilania wszystkich komponentów UFL. Proces wyłączenia trwa około 90 sekund.

sekcja komunikacji.

Ethernet – złącze 1Gb Ethernet przeznaczone do komunikacji z komputerem Kontrolera Systemowego. Wymagany jest zewnętrzny switch.

sekcja komputera.

USB – złącza USB 2.0 przeznaczone do wykorzystania przez użytkownika, np. klawiatura, mysz. VGA – złącze przeznaczone do podłączenia zewnętrznego monitora. Maksymalna rozdzielczość wynosi 2048x1536.

COM2 – złącze RS-232 dowolnego przeznaczenia.

sekcja lasera NdYAG.

USB Attenuator – złącza USB przeznaczone do programowania attenuatora lasera.

COM1 Laser – złącze RS-232 przeznaczone do programowania lasera YAG.

Photodiode – wejście TTL przeznaczone do podłączenia fotodiody synchronizującej pracę UFLa (zamontowanej w laserze YAG).



Rys. 8.1.16. Widok Urządzenia Fotografii Laserowej a) rozmieszczenie elementów na panelu przednim, b) rozmieszczenie konektorów na panelu tylnym

Wszystkie elementy urządzena tzn. MCP, kamera, moduł sterujący, laser półprzewodnikowy i komputer znajdują się w jednej obudowie. Powoduje to, że system jest kompaktowy i przenośny. Przewidziano również zasilanie akumulatorowe.

Obudowa Urządzenia Fotografii Laserowej wykonana jest z elememtów duralowych malowanych metodą proszkową. Wewnętrzna konstrukcja (chassis) umożliwia łatwy montaż/demontaż komponentów UFL. Zewnętrzne elementy maskują otwory montażowe i śruby. Taka konstrukcja obudowy zapewnia odpowiednią wytrzymałość na uszkodzenia mechaniczne, wstrząsy itp.

Urządzenie Fotografii Laserowej może pracować samodzielnie jednak w celu rozszerzenia jego funkcjonalności, pokazania możliwości na tle innych urządzeń monitoringu wizyjnego oraz wskazania miejsca i roli jaka może ono odgrywać w systemie zaproponowano tzw. System Fotografii Laserowej składający się (poza UFL) z platformy pozycjonującej, na której montowany jest UFL, radaru do wskazywania celów oraz urządzeń wizyjnych pracujących w paśmie VIS-NIR-IR. Wszystkie komponenty są obsługiwane za pomocą sieci Ethernet i objęte sterowaniem za pomocą dedykowanego oprogramowania systemowego. Przykład konfiguracji pracy działającego systemu w warunkach terenowych przedstawiono na rys. 8.1.17.



Rys. 8.1.17. Komponenty informacyjne Systemu Fotografii Laserowej (praca w terenie)

Na podstawie wykonanych badań i analiz wyznaczono parametry eksperymentalnego Urządzenia Fotografii Laserowej oraz oszacowano funkcjonalności systemu fotografii laserowej.

# Parametry obrazowania:

Rozdzielczość obrazu	1360(H) x 1024(V) pixeli	
Rozdzielczość MTF	60lp/mm	
Pole widzenia FOV		
- dla optyki 105mm	11,04 <sup>0</sup>	
- dla optyki 500mm	2,46 <sup>0</sup>	
- dla optyki 2800mm	0,38 <sup>0</sup>	
Rozdzielczość bitowa	14 - bitów	
Rozdzielczości przestrzenne		
- min. odległość obserwacji	16 m - dla oświetlacza 532nm	0 m - dla oświetlaczy 850/905nm
- min. głębia obserwacji	1.2 m	า
- minimalny przyrost	0.15 m	
odległości		
- minimalny przyrost	0.15 m	
głębokości		

## Parametry oświetlaczy:

Zakres spektralny	532 nm	850 nm	905 nm
Energia max. max	360 mJ		
Moc max.		100 W	200 W
Czas trwania impulsu	5 ns	10-30 ns	8 ns
Wahania poziomu energii	10%		
Optyka	Kąt oświetlan	ia dopasowany manual	nie do FOV

# Współpraca UFL z innymi jednostkami informacyjno-pomiarowymi:

Zintegrowany System	Kamery VIS-IR, Kamera NIR
Fotografii Laserowej	Radar, Platforma Pozycjonująca

# Funkcjonalności FL w zakresie akwizycji, przetwarzania i analizy (obrazów i metadanych):

Urządzenie Fotografii	<ul> <li>akwizycja obrazów metodą kadrowania przestrzenno-czasowego,</li> </ul>
Laserowej	- archiwizacja obrazów i metadanych
	- programowanie serii pomiarowych dla UFL
	- akwizycja obrazów z kamer VIS, IR, NIR
System Fotografii	- obsługa Radaru
Laserowej	- sterowanie platformą pozycjonującą oraz mechaniką Pan-Tilt VIS-IR
	- panoramowanie sceny
	- modelowanie 3D
	- (auto)segmentacja sceny,
	<ul> <li>automatyczny pomiar geometrii obiektów (wymiarowanie</li> </ul>
	metryczne),
	<ul> <li>wizualizacja parametrów kadrów przestrzenno-czasowych,</li> </ul>
	<ul> <li>lokalizacja terenu badań na podkładzie mapowym (GoogleMaps),</li> </ul>
Algorytmy	- graficzne reprezentacje zasięgu obserwacji w serii pomiarowej wraz
niezaimplementowane	z identyfikacją kadrów charakterystycznych,
sprzętowo	- wizualizacja orientacji w przestrzeni kadrów i parametrów kątowych
	obserwowanej sceny,
	<ul> <li>zbiorcze reprezentacje wybranych kadrów serii pomiarowej:</li> </ul>
	<ul> <li>wizualizacje 3D na podkładzie mapowym,</li> </ul>
	<ul> <li>porównanie wyników pomiarowych z elementami</li> </ul>
	terenowymi

# 8.1.4. Wynika badań urządzenia i systemu - Wizualizacja informacji przestrzennej

Przeprowadzone badania fotografii laserowej obejmowały testowanie metody kadrowania przestrzenno-czasowego oraz jej funkcjonalności

<u>Badania metody kadrowania przestrzenno-czasowego</u>dotyczyły weryfikacji jakościowej fundamentalnych własności oferowanych przez metodę kadrowania przestrzenno-czasowego. W ramach badań przeprowadzono testy weryfikujące:

- możliwość zmiany odległości do rejestrowanego kadru przestrzenno-czasowego,
- możliwość zmiany głębokości pola obserwacji
- wpływ parametrów czasowych na efektywność energetyczną
- wpływ selektywności przestrzennej na jakość rejestrowanego obrazu

<u>Badanie funkcjonalności Fotografii Laserowej</u> dotyczyły akwizycji danych i testowania opracowanych algorytmów do przetwarzania informacji obrazowej pozyskiwanej metodą fotografii laserowej. W ramach badań przeprowadzono testy weryfikujące wybrane funkcjonalności fotografii laserowej w zakresie:

- autosegmentacji obserwowanej sceny,
- możliwości pomiarowych,
- pozycjonowania obiektów w przestrzeni
- zagadnienia dotyczącego możliwości obserwacji obiektów "przesłanianych"

Fotografia laserowa charakteryzuje się dużym potencjałem informacyjnym. Praktycznie rzecz biorąc wszystkie potrzebne dane niezbędne do wydobywania informacji zapisane są w pojedynczym zdjęciu lub serii zdjęć. Dodatkowe (zewnętrzne) dane jakie mogą być wykorzystywane w procesie analitycznym to tzw. podkład mapowy. W przeprowadzonych badaniach pozyskiwania materiału mapowego skorzystano z Google Maps API - ogólnodostępnego serwisu GoogleMaps.

Przedstawione poniżej testowane funkcjonalności zostały podzielone na 3 grupy:

A. Autosegmentacja sceny - możliwości pomiarowo identyfikacyjne

- porównanie obrazów uzyskanych metodą klasyczną i fotografii laserowej w kontekście

- automatycznej selekcji przestrzennej obiektów sceny,
- funkcjonalność automatycznego pomiaru geometrii obiektów (wymiarowanie metryczne).
- możliwości identyfikacji obiektów.

Jedną z podstawowych funkcjonalności fotografii laserowej jest możliwość dokonywania autosegmentacji obserwowanej sceny. Własność ta jest szczególnie istotna podczas dokonywania analizy materiału obrazowego. Jak wiadomo podstawowym zagadnieniem z punktu widzenia przetwarzania i analizy obrazu jest jego segmentacja. W zależności sceny będącej przedmiotem analizy można stosować różne metody mniej lub bardziej zaawansowane. Faktem jest jednak to, że przetwarzanie tego typu bywa czasami bardzo czasochłonne a wyniki nie zawsze są zadowalające. Kluczem do sukcesu wydaje cię być sam proces pozyskiwania obrazu, który powinien dostarczać do segmentacji "odpowiednio przygotowanych danych". I rzeczywiście, szereg metod obrazowania stosuje "odpowiednie zabiegi" już na etapie pozyskiwania danych. A gdyby udało się udostępniać do przetwarzania i analizy obrazy posegmentowane już procesie akwizycji? Metody realizujące taką funkcjonalność są dostępne już współcześnie i szeroko są stosowane w przemysłowych systemach wizyjnych gdzie możemy mieć do czynienia z wysoce kontrolowanymi warunkami pomiarowymi. A gdyby udało się pójść o jeszcze krok dalej i uzyskać taką własność w niekontrolowanych warunkach pomiarowych. Odpowiedzią jest właśnie fotografia laserowa oferująca możliwość selekcjonowania obiektów sceny już na etapie akwizycji obrazu co przedstawiono na rys. 8.1.18.



Rys. 8.1.18. Autosegmentacja sceny z wykorzystaniem fotografii laserowej

Dzięki automatycznej segmentacji sceny oraz metadanym przypisanym do poszczególnych obrazów (informacja o kątowym polu widzenia i zasięgu obserwacji) udostępniona zostaje funkcjonalność dotycząca bezpośrednich i automatycznych pomiarów geometrii obiektów (rys. 8.1.19). Z kolei dzięki przestrzennej selekcji obserwacji (i wynikającej z tego tytułu minimalizacji wpływu czynników/obiektów "zakłócających") jakość dostarczonego materiału obrazowego może umożliwić wykrycie i rozpoznanie obiektów. Obserwacja obiektów w "skomplikowanej" pod względem interpretacyjnym scenie przedstawiono na rys. 8.1.20.

- a) kadr przestrzenny 69,2-71.0m (rejestracja z polem widzenia 2,46<sup>°</sup>)
- b) kadr przestrzenny 49,5-51.2m (rejestracja z polem widzenia 2,46<sup>°</sup>)
- c) kadr przestrzenny 38,5-39,8m (rejestracja z polem widzenia 11,04<sup>°</sup>)



Środek kadru R-T = 0.61115 [m]





Rys. 8.1.20. Wykrywanie obiektów w "złożonej" scenie.

- B. Pozycjonowane obiektów w terenie i modelowanie przestrzeni dostępne funkcjonalności :
- porównanie obrazów klasycznych VIS i IR z obrazami fotografii laserowej przy różnych parametrach akwizycji (długo- i krótko-czasowa detekcja),
- lokalizacja terenu badań na podkładzie mapowym,
- wizualizacja sceny pomiarowej (rys. 8.1.21),
- graficzna reprezentacja zasięgu obserwacji w serii pomiarowej wraz z identyfikacja kadrów charakterystycznych,
- wizualizacja orientacji w przestrzeni kadrów i parametrów kątowych obserwowanej sceny,
- zbiorcze reprezentacje wybranych kadrów serii pomiarowej:
  - wizualizacje 3D na podkładzie mapowym,
  - porównanie wyników pomiarowych z elementami terenowymi,
- aspekty pomiarowe kadru i obiektów sceny





Rys. 8.1.21. Wizualizacja poszczególnych kadrów sceny pomiarowej na podkładzie mapowym
- C. Obserwacja obiektów przez naturalne i sztuczne przesłony (za pomocą kamer UFL, VIS, IR, NIR) :
- sztuczne elementy maskujące (przesłanianie tkaniną rys. 8.1.22)
- niekorzystne warunki atmosferyczne (sztuczna mgła rys. 8.1.23)
- przesłona ogniowa (rys. rys. 8.1.24).



Rys. 8.1.22. Obserwacja obiektu (człowiek) przez przesłonę z tkaniny



Obserwacja przez sztuczną mgłę





Rys. 8.1.24. Obserwacja obiektu (tablica informacyjna na terenie budowy) znajdującego się za przesłoną ogniową

## 8.1.5. Podsumowanie

Tradycyjne systemy wizyjne charakteryzują się ograniczonym zasięgiem (pasmo VIS) lub ograniczonymi możliwościami interpretacyjnymi i identyfikacyjnymi (pasmo IR). Proponowane rozwiązanie poprzez zastosowanie aktywnego laserowego podświetlania sceny oferuje zwiększenie zasięgu obserwacji (bez względu na porę dnia, występowanie źródeł oświetlenia zakłócających pracę tradycyjnych systemów, czy też panujące warunki pogodowe), przy jednoczesnym zachowaniu możliwości interpretacji materiału wizyjnego w zakresie takim, jaki oferują tradycyjne systemy VIS. Nanosekundowa rozdzielczość układów synchronizacji systemu fotografii laserowej wraz z dedykowanym oprogramowaniem jest w stanie zapewnić <0.2m rozdzielczość w całym obszarze skanowania terenu o promieniu dochodzącym nawet do pojedynczych kilometrów (dla oświetlacza dużej mocy). System taki, poprzez ciągły monitoring otwartych przestrzeni (np. bazy wojskowe i ich otoczenie, lądowe szlaki komunikacyjne, akweny wodne, porty lotnicze), mógłby wykrywać oraz lokalizować (przestrzennie i czasowo), każdą działalność ludzką będącą w zakresie widoczności systemu, a poprzez analizę materiału wizyjnego klasyfikować ją jako potencjalnie niebezpieczną wymagającą ewentualnie podjęcia stosownej reakcji.

Tak jak w klasycznych systemach obserwacyjnych oferowana jest możliwość wizualnego śledzenia obiektów (człowiek, pojazd, jednostka pływająca) naruszających obszar chronionego obszaru lądowego czy morskiego. Dodatkowo, poprzez selektywną obserwację przestrzeni, istnieje możliwość:

- trójwymiarowego modelowania i analizy rejestrowanych zdarzeń,
- odczytywania z dużych dystansów identyfikatorów (tablic) pojazdów, numerów burtowych statków,
- "zaglądania" przez szyby do wnętrz pojazdów czy pomieszczeń budynków,
- wykrywania (optyki) snajperów identyfikacja refleksów świetlnych.

Elementy proponowanego systemu mogłyby być rozmieszczone np. na wieżach obserwacyjnych baz wojskowych, lotnisk, strażnicach granicznych czy w miejscach umożliwiających skuteczną ochronę portu od strony lądu i morza a w przypadku rozwiązań mobilnych mogłyby być instalowane na platformach jezdnych czy pływających zapewniając ochronę szlaków komunikacyjnych.

# 8.2. Terahercowa metoda wykrywania ukrytych materiałów niebezpiecznych

Opracowany zestaw z terahercowy detektor materiałów wybuchowych (TDS) ma za zadanie wykryć Heksogen (RDX) i jego pochodne, takie jak C-4, w opakowaniu wykonanym z przepuszczalnego dla THz materiału (np. polietylen, cienkie ubranie, papier). W opracowanym detektorze, próbka umieszczana jest na specjalnym stoliku i analizowana przez promieniowanie THz. Na ekranie kontrolera tego czujnika, oprócz wielu wykresów i obliczeń, umieszczana jest informacja, czy wykryty materiał to RDX, czy też nie.

## 8.2.1. Terahercowa spektroskopia w dziedzinie czasu (TDS)

Promieniowanie terahercowe z zakresu 0,3-3,0 THz posiada duży potencjał do identyfikacji przykrytych materiałów wybuchowych ze względu na kluczowe właściwości: niektóre powszechnie używane materiały wybuchowe, takie jak heksogen (RDX), oktogen (HMX) i Penthryte (PETN) posiadają transmisyjne i odbiciowe cechy spektralne (zwane "odciskami palców"), często stosowane niepolarne dielektryczne materiały pokryciowe, takie jak bawełna, poliester, papier i tworzywa sztuczne wykazują niską absorpcję przez THz fale, nie jest promieniowaniem jonizującym jak np. promieniowanie X, zatem nie zagraża zdrowiu człowieka.

Minusem tego zakresu częstotliwości jest istnienie silnie pochłaniających pasm w atmosferze związanych z parą wodną oraz dość słabo rozwiniętą baza elementową, głównie po stronie przestrajalnych źródeł z zakresu około 1-3THz. Ponieważ tłumienie większości materiałów wybuchowych jest stosunkowo wysokie (współczynnik absorpcji ~ 150 cm<sup>-1</sup>, konfiguracja transmisji wydaje się być ograniczona do próbek o grubości do kilku milimetrów, na przykład, do stosowania w skanerach poczty. Z drugiej strony, konfiguracja odbiciowa jest bezpieczniejsza do zastosowań w kontroli i bardziej nadaje się do skanowania grubszych przedmiotów. Jednakże jest ona bardziej skomplikowana w użyciu ze względu na niewielki współczynnik odbicia czystych materiałów wybuchowych, rzędu kilku-kilkunastu procent, silne tłumienie pary wodnej, rozpraszanie związane z morfologią próbek jak również z tłumieniem i rozpraszaniem warstw pokrycia. Rysunek 8.2.1a przedstawia typowy układ spektrometrii TDS wykorzystywanej do transmisyjnych analiz spektralnych w zakresie terahercowym, gdzie do generacji i detekcji impulsów promieniowania terahercowego stosuje się impulsy z lasera femtosekundowego o długości fali 800 nm i czasie trwania impulsu około 50 fs.



Rys. 8.2.1. Schemat systemu układu TDS (a) bazującego na efekcie przełącznika fotoprzewodzącego (b).



Rys. 8.2.2. Typowy impuls promieniowania z układu TDS (a) i jego widmo mocy (b).

W rezultacie pojedynczy impuls THz otrzymywany w spektroskopie jest syntezowany punkt po punkcie (najczęściej 1024 lub 2048 punktów) a wartość dla każdego punktu powstaje z uśrednienia dużej ilości wartości pochodzących od różnych impulsów. Jest to możliwe, gdyż laser femtosekundowy pracuje z częstotliwością repetycji 80 MHz. Jak widać z przedstawionej analizy, układ spektroskopu TDS jest skomplikowanym i zsynchronizowanym układem generacyjnodetekcyjnym.

#### 8.2.2. Spektroskopia transmisyjna

W celu zrozumienia podstaw interakcji promieniowania terahercowego z materiałami, co umożliwi zaznajomienie się z opracowaną metodą identyfikacji materiałów pod przykryciem, na początku zmierzono widma transmisyjne wybranych substancji. Pomiarów dokonano w spektrometrze TDS Spectra 3000 firmy Teraview (Rys. 8.2.3), który posiada następujące parametry: zakres częstotliwości: 0,06 THz – 4 THz (2 cm<sup>-1</sup> – 120 cm<sup>-1</sup>), Rozdzielczość: 0,0075 THz (0,25 cm<sup>-1</sup>), Rapid Scan: 30 skanów/sek przy rozdzielczości 1.2 cm<sup>-1</sup>



Rys. 8.2.3. Spektrometr TDS Spectra 3000: zdjęcie (a) i schemat (b).

W celu wyznaczenia widm terahercowych materiałów stałych metodą TDS dokonuje się pomiaru widma transmisyjnego dla próbki (pastylki) odniesienia – wykonanej z proszku polietylenowego, a potem dla próbki (pastylki) pomiarowej składającej się z mieszaniny polietylenu i materiału badanego – np. RDX w omawianym przykładzie. Przykładowe przebiegi czasowe i ich transformaty Fouriera uzyskane w spektrometrze TDS przedstawiono na Rys. 8.2.4.



Rys. 8.2.4. Przebiegi czasowe impulsów THz (a) i ich transformaty Fouriera (b) dla próbki wykonanej z polietylenu i z mieszaniny polietylenu i badanego materiału (RDX).

Absorbancja zmierzonej próbki jest wyznaczana z następującej zależności:

$$A = -\log_{10}\left(\frac{I}{I_0}\right) \tag{8.2.1}$$

gdzie lo i l są odpowiednio widmami próbek odniesienia i pomiarowej.W przypadku ubrań odniesieniem jest powietrze w komorze pomiarowej.

Na Rys. 8.2.5 przedstawiono zależność absorbancji dla rozpatrywanej próbki RDX wyznaczoną powyższą metodą oraz dla porównania – spektrometrem fourierowskim Bruker v113. Jak widać oba widma są do siebie bardzo zbliżone.



Rys. 8.2.5. Absorbancja RDX zmierzona spektrometrem TDS oraz spektrometrem fourierowskim (FTIR).

Ze względu na uwarunkowania stanowiska badawczego TDS (próbka powinna mieć grubość większą niż 1 mm w celu uniknięcia odbić wewnątrz próbki oraz zapewnienia jej wytrzymałości mechanicznej) oraz fakt, że tłumienie większości czystych materiałów jest dość znaczne, próbki stałe zostały przygotowane w postaci standardowych pastylek znanych z klasycznej spektroskopii

fourierowskiej w podczerwieni. Substancja mierzona mieszana jest z proszkiem polietylenowym o bardzo dużej transparentności w paśmie THz w stosunku 10:90. Przygotowywanie próbek do badań metodą TDS jest krytyczne dla otrzymania poprawnych i wiarygodnych wyników. Wybrane do badań materiały wybuchowe w postaci proszkowej, ze względu na dość duże tłumienie w paśmie THz, zostały wymieszane ze sproszkowanym polietylenem. Na podstawie literatury wiadomo, że gdy rozmiar cząstek proszku jest zbliżony do długości fali promieniowania THz (~ 300 µm) powstaje duże rozpraszanie powodujące znaczne tłumienie, co wpływa niekorzystnie na otrzymywane widmo. W związku z tym badane materiały były rozcierane w moździerzu aby zredukować rozmiar cząstek proszku do 20-50 µm.

Standardowo, 400 mg proszku (10% materiału badanego i 90% polietylenu) jest wsypywane do formy i prasowane pod ciśnieniem około 100 MPa. W rezultacie otrzymuje się pastylkę (walec) o średnicy 13 mm i grubości około 3 mm. Próbka do pomiarów odniesienia składa się z 360 mg proszku polietylenowego i jest wykonana powyższą metodą. Poniżej przedstawiono widma transmisyjne przykładowych materiałów: pentrytu, oktogenu i cukru. Widma zmierzono spektrometrem TDS porównano z widmami otrzymywanymi w spektrometrze FTIR uzyskując dużą zgodność obu charakterystyk.





#### 8.2.3. Spektroskopia odbiciowa

Pomiary odbiciowe przeprowadzono przy użyciu zewnętrznego modułu wolnostojącego podłączonego do jednostki podstawowej Spektra 3000 za pomocą światłowodu (Rys. 8.2.7). Promieniowanie terahercowe pada na próbkę, odbija się i jest koncentrowane na detektorze. Kąt padania wynosi 7°. Jako próbki do badań odbiciowych wykorzystuję się pastylki o średnicy 30 mm i grubości około 5 mm wytwarzane za pomocą prasy hydraulicznej, który zapewnia płaskość i gładkość powierzchni. Drobno zmielony proszek danej substancji miesza się z kilkoma procentami uplastyczniającego materiału, co zapewnia mechaniczną stabilność tabletki. Jako odniesienie w tym typie pomiaru stosuje się lustro złote. Odbiciowość (reflektancję) definiuje się jako stosunek widm mocy próbki i odniesienia (złotego lustra) umieszczonych w tych samej pozycji.



Rys. 8.2.7. Schemat układu do pomiaru reflektanci (a) i widmo odniesienia (b).

Rysunek 8.2.8. przedstawia charakterystyki reflektancji uzyskane dla laktozy i kwasu winowego. Jak widać charakterystyczne zbocza w reflektancji są powiązane z maksymami w absorbancji, co może być wyjaśnione przy użyciu dyspersji w przypadku rezonansu dla oscylatora harmonicznego Lorentza.



Rys. 8.2.8. Reflektancja i absorbancja: laktoza (a) i kwas winowy (b).

Jeżeli jednak badana substancja zostanie przykryta cienką, półprzepuszczalną dla promieniowania THz warstwą, np. folii, papieru itp. to w tym przypadku powstaną 2 impulsy odbite – jeden od próbki a drugi od warstwy materiału (Rys. 8.2.9). Wyznaczona w sposób klasyczny reflektancja składa się z oscylacji, gdzie trudno jest dostrzec właściwości spektralne materiału. W związku z tym opracowano własny algorytm o nazwie P-spectrum do wyznaczania cech charakterystycznych materiałów ukrytych pod przysłoną.



Rys. 8.2.9. Impuls odbity od powierzchni próbki RDX (a) i wyznaczona reflektancja (b).

## 8.2.4. Budowa detektora

Opracowany detektor materiałów niebezpiecznych bazuje na posiadanym w IOE WAT zestawie do generacji i detekcji impulsów THz (Spektrometr Spectra 3000 z firmy Teraview) wraz z przystawką do pomiarów zdalnych (Rys. 8.2.10.).



Rys. 8.2.10. Spektrometr Spectra 3000 z z przystawką do pomiarów zdalnych - zdjęcie i schemat.

Zestaw ten został zaadoptowany na potrzeby czujnika poprzez opracowanie (Rys. 8.2.11.):

- a) układu optycznego służącego kierowaniu wiązki na próbkę a następnie wiązki odbitej od próbki na detektor,
- b) stolika uchylno-przesuwnego służącego do umieszczania na nim próbek w sposób optymalny względem padającego promieniowania,
- c) Kontrolera detektora wraz z oprogramowaniem sterująco-kontrolnym.



Rys. 8.2.11. Schemat detektora THz.

# 8.2.5. Zestaw do generacji i detekcji impulsów THz wraz z przystawką do pomiarów zdalnych

Jedna z funkcji wielofunkcyjnego zestawu do generacji i detekcji impulsów THz (zwanego dalej jednostką główną) jest – spektrometr transmisyjny. Drugi z elementów zestawu – przystawka do pomiarów zdalnych jest miejscem interakcji wygenerowanego promieniowania z badanym materiałem.

W jednostce głównej, impuls optyczny z lasera femtosekundowego (Vitesse firmy Coherent) jest dzielony na dwie części przez płytkę światłodzielącą (Rys. 8.2.12.). Część impulsu (tor emitera) jest bezpośrednio sprzęgana do światłowodu pracującego na długości fali 800 nm. Druga część tego samego impulsu przechodzi poprzez dwie linie opóźniające – długą i szybką oraz również jest sprzęgana do światłowodu. Zadaniem linii długiej jest zapewnienie optymalnego punktu pracy układu, tak żeby impuls znajdował się w czasowym zakresie detekcji. Druga z linii opóźniających odpowiada za skanowanie impulsu terahercowego w określonym przez linię długą przedziale czasu.



Rys. 8.2.12. Elementy składowe jednostki głównej i przystawki do pomiarów odbiciowych.

Oba światłowody wychodzą z jednostki głównej w specjalnej rurze zapewniającej mechaniczną ochronę wrażliwych włókien i są wprowadzane do przystawki do pomiarów zdalnych. W tej przystawce, impulsy promieniowania laserowego są doprowadzane do emitera i detektora. Wygenerowane impulsy promieniowania terahercowego poprzez zestaw zwierciadeł przedstawionych na Rys. 8.2.13-14 oraz opracowany układ optyczny zostają skupione na próbce. Po odbiciu, impuls terahercowy zmodyfikowany poprzez oddziaływanie z materiałem próbki i ewentualnie jej pokryciem, jest kierowany poprzez zwierciadła do detektora. W tej samej rurze znajdują się przewody elektryczne odpowiedzialne za sterowanie emiterem i detektorem. Z nich sygnały są doprowadzane do znajdującego się w jednostce głównej wzmacniacza fazoczułego lock-in, który jest nadzorowany przez Kontroler TDS. W tym kontrolerze odbywa się właściwy proces syntezowania impulsu terahercowego. Interfejs tego sterownika umożliwia także sterowanie liniami opóźniającymi, kontrolę pracy lasera femtosekundowego i innych ważnych dla urządzenia komponentów. Zdetekowany impuls THz jest przesyłany do Kontrolera detektora THz w celu dalszej analizy.

#### 8.2.6. Budowa układu optycznego

Rysunek 8.2.14 przedstawia schemat układu optycznego opracowanego detektora. Femtosekundowe impulsy promieniowania podczerwonego poprzez światłowody dochodzą od emitera THz i detektora THz, między którymi propaguje się impuls promieniowania terahercowego. Na wcześniejszych rysunkach układ optyczny był przedstawiony w sposób schematyczny, który uwzględniał tylko idę działania poszczególnych zwierciadeł. W tym rozdziale przedstawiono szczegółowo układ optyczny. Promieniowanie z emitera THz wychodzi w sposób rozbieżny i następnie jest zrównoleglane przy pomocy dolnego zwierciadła parabolicznego pozaosiowego o kącie 90° (ZB1) – Rys. 8.2.13. Wiązka równoległa pada na zwierciadło płaskie (ZP1), które zamocowane jest do stolika sterowanego śrubami mikrometrycznymi. Zapewnia to dokładne sterowanie wiązką, która pada z kolei na duże górne zwierciadło (ZD), które jest wycinkiem paraboloidy obrotowej i składa się jakby z dwóch zwierciadeł parabolicznych pozaosiowych. Zadaniem zwierciadła górnego jest skupienie wiązki promieniowania w odległości 30 cm od jego powierzchni. Następnie promieniowanie pada na zwierciadło płaskie (ZP3), które odbija to promieniowanie poziomo do góry, gdzie znajduje się próbka umieszczona na stoliku. Promieniowanie odbija się od próbki i wraca do detektora kolejno odbijając się od zwierciadeł ZP3, ZD, ZP2 i ZB2 w sposób analogiczny jak wcześniej.



Rys. 8.2.13 Przystawka do pomiarów zdalnych – tor propagacji promieniowania THz. Widok z boku i z góry (a) oraz zdjęcie zwierciadeł (b).



Rys. 8.2.14. Przystawka do pomiarów zdalnych – widok zwierciadeł i stolik dla próbek (schemat i zdjęcie).

Na Rys. 8.2.15 przedstawiono szczegółowo budowę układu optycznego opracowanego do detektora THz. Jego podstawowym elementem jest 2-calowe zwierciadło pozłacane, które zamocowano w uchwycie, który zapewnia regulację pochylenia zwierciadła w dwóch płaszczyznach poprzez dwie śruby. Z kolei ten uchwyt jest zamocowany w stoliku obrotowym sterowanym śrubą mikrometryczną. Całość zamocowano do stolika zapewniającego przesuw w trzech prostopadłych kierunkach (XYZ). Tak skonstruowany układ zapewnia bardzo dokładne skierowanie wiązki promieniowania na próbkę.





Rys. 8.2.15. Układ optyczny: projekt (a) i zdjęcie (b).

#### 8.2.7. Budowa stolika uchylno-przesuwnego

Podstawowym zadaniem stolika uchylno-przesuwnego (Rys. 8.2.16) jest zapewnienie optymalnych warunków oddziaływania promieniowania terahercowego z materiałem próbki. W czasie wykonywania pomiaru próbka jest kładziona na blat stolika. Następnie, silniki krokowe stolika uchylnego automatycznie dopasowują położenie próbki do maksimum sygnału odbitego. Z kolei stolik pionowy sterowany również silnikiem krokowym koryguje wertykalne położenie próbki, tak aby odbity impuls promieniowania THz znajdował się we właściwym położeniu na osi czasu. Całość zamocowano do stolika zapewniającego przesuw w trzech prostopadłych kierunkach (XYZ).



Rys. 8.2.16. Stolik uchylno-przesuwny: projekt (a) i zdjęcie (b).

b)



Rys. 8.2.17. Przykładowe próbki umieszczone na stoliku.

Do sterowania trzema silnikami krokowymi zaprojektowano i wykonano sterownik przedstawiony na Rys. 8.2.18. W skrzynce metalowej zainstalowano 3 sterowniki TDC001 (Thorlabs) wraz z zasilaniem 230V, 3 zasilaczami 15VDC 1A i sterowaniem w standardzie USB z poziomu kontrolera detektora THz.







#### 8.2.8. Kontroler detektora THz

Jako kontroler detektora THz została zastosowana stacja robocza firmy National Instrument - Rys. 8.2.19.



Rys. 8.2.19. Sterownik detektora THz wraz z monitorem.

Modułowa stacja robocza składa się z:

- Obudowy PXIe-1026Q. Zawierająca cztery sloty PXI, jeden slot PXI Express i dwa sloty hybrydowe PXI Express. Przepustowość do 1 GB/s na slot i 3 GB/s przepustowości systemu.
- Kontroler PXIe-8133 do obudowy PXIe-1026Q. Zawiera procesor 1,73 GHz Quad-Core Intel Core i7-820, 4 GB DIMM dual-channel DDR3 1333 MHz pamięci RAM, dwa złacza 10/100/1000BASE-TX (Gigabit) Ethernet, 4 Hi-Speed USB, ExpressCard/34, GPIB.
- Moduł PXI Express zawierający dwa wejścia GB Ethernet.
- System operacyjny 32-bit Windows7 wraz z LabView 2010.
- Monitora ProLite B2712HDS, bezprzewodowej myszy i klawiatury.

Zadania Kontrolera THz:

- Akwizycja impulsów terahercowych z Kontrolera TDS po kablu Ethernetowym z wykorzystaniem interfejsu komunikacyjnego,
- Sterowanie silnikami krokowymi stolika uchylno-przesuwnego po kablu USB,
- Analiza i przetwarzanie impulsów terahercowych otrzymywanie charakterystyki p-spectrum,
- Identyfikacja badanych materiałów dzięki metodzie PCA
- Wyświetlanie danych na ekranie monitora.

#### 8.2.9. Identyfikacja z wykorzystaniem metody PCA

Przeprowadzono rozważania, na podstawie dostępnej literatury, sposobów podziału przestrzeni cech związków chemicznych należących do dwóch klas, za pomocą hiperpłaszczyzny, a następnie skonstruowano oparty na tym podziale układ klasyfikujący związki niebezpieczne pochodne heksogenu w grupie związków wraz z solą, laktozą i kwasem winowym. Za klasyfikacje w tym układzie będziemy traktować zadanie zbudowania modelu, który umożliwia przypisanie nowego, wcześniej nieznanego obiektu, do jednej ze zbioru predefiniowanych klas. W ogólnym ujęciu problem klasyfikacji sprowadza się do rozpoznania obiektów dwóch klas, przy czym każda klasa jest określona przez wskazanie jednego obiektu wzorcowego.

Przeprowadzona analiza na podstawie zbioru obserwacji treningowych pozwoliła wyznaczyć zbiór istotnych, z punktu widzenia klasyfikacji (rozróżniania) związków pochodnych heksogenu na tle innych związków chemicznych, atrybutów – cech pomiarowych umożliwiających skuteczne i automatyczne przyporządkowanie nowej, zmierzonej obserwacji do określonej populacji związków chemicznych. Idąc dalej, można rozbudować algorytm o moduł dodatkowo rozróżniający materiały określane w tej pracy terminem "inne" (laktoza, kwas winowy, cukier i PABA) i sprawdzić, czy potrafimy odseparować te związki od związków pochodnych heksogen.

Do realizacji tego zadania doskonal nadaje się metoda drzew decyzyjnych. Algorytm indukcji drzew decyzyjnych buduje model w postaci drzewa, którego węzły odpowiadają testom przeprowadzanym na wartościach atrybutów, gałęzie odpowiadają wynikom testów, a liście reprezentują przypisanie obiektów do klas. Algorytm tworzy drzewo decyzyjne w czasie liniowo zależnym od liczby atrybutów-predyktorów. O kształcie drzewa decydują takie parametry jak: kryterium wyboru punktu podziału drzewa, kryterium zakończenia podziałów, czy stopień scalania drzewa. Istotną cechą odróżniającą algorytmy indukcji drzew decyzyjnych jest przyjęta miara "czystości" węzła. Wielką zaletą drzew decyzyjnych jest fakt, że wygenerowany model można łatwo przedstawić w postaci zbioru reguł, co pomaga analitykom zrozumieć zasady działania klasyfikatora i nabrać zaufania do jego decyzji. Efektem przeprowadzonej takiej analizy uzyskano model drzewa ze wskazaniem, które ze zbioru oryginalnych zmiennych objaśniających pozwalają rozróżnić związki między sobą.

W celu weryfikacji opracowanej metody klasyfikacji na rzeczywistych danych, zaimplementowano algorytm (Rys. 8.2.20.) w środowisku LabView, na bazie którego opracowano system pomiaru i przetwarzania wstępnego (*pre-processingu*) danych integrujący proces pomiaru przy pomocy spektroskopu TDS.



Rys. 8.2.20.Schemat blokowy algorytmu klasyfikacji

Proces klasyfikacji przebiega wieloetapowo. Ze zmierzonej i przetworzonej próbki danych w postaci wektora  $a^{\tau}$  (postać kolumnowa) wybranych jest 100 elementów reprezentujących najbardziej charakterystyczne cechy spektralne populacji, które transformowane są do przestrzeni "PCA" przy zastosowaniu macierzy o wymiarze 100x100 wyznaczonej w procesie analizy numerycznej. Następnie, trzy elementowy wektor, reprezentujący składowe główne (pierwsza, czwarta i czternasta) podlega funkcji klasyfikującej f przyjmującej postać w opisie macierzowym:

$$f(x) = K + xL + xQx', \qquad (8.2.2)$$

przyporządkowujący zmierzoną próbkę do określonego obszaru decyzyjnego. Tak opracowany algorytm jest częścią składową opracowanego oprogramowania Detektora THz – modułu identyfikacji.

#### 8.2.10. Oprogramowanie Detektora THz

Oprogramowaniu Detektora THz opracowano w środowisku LabView i jest zaimplementowane w Kontrolerze detektora THz. Składa się ono z dwóch części:

- a) interfejsu operatora,
- b) modułu przetwarzania sygnałów i identyfikacji materiałów.

Interfejs operatora jest przedstawiony na Rys. 8.2.21. Na wykresie w górnym lewym oknie, kolorem żółtym przedstawiono przebieg czasowy impulsu odbitego od badanej próbki. Oprogramowanie umożliwia pobieranie około 10 impulsów na sekundę. Suwak w kolorze niebieskim wskazuje na maksymalną amplitudę sygnału odbitego. W większości przypadków maksymalne odbicie nie przekracza wartości 0,3. Jeśli wartość ta spadnie poniżej wartości 0,1, na czerwono zapali się ostrzegawcza kontrolka. Informuje to operatora, że sygnał odbity jest zbyt słaby do dalszej analizy. W tym przypadku należy spróbować wyregulować lub inaczej położyć próbkę lub próbka, ze względu na swoje właściwości lub opakowanie, nie może być analizowana w tym detektorze.



Rys. 8.2.21. Interfejs operatora terahercowego detektora materiałów niebezpiecznych.

Na wykresie w lewym dolnym oknie kolorem białym przedstawiono uśrednienie impulsu odbitego od próbki w celu zmniejszenia szumów. W prawym dolnym rogu można określić ilość uśrednień w okienku "UŚREDNIANIE". Wartości w granicach 10-20 są kompromisem pomiędzy szybkością odświeżania a stosunkiem S/N. Na tym samym wykresie kolorem czerwonym przedstawiono poddany dalszej analizie przebieg p-sygnału, który jest apodyzowany prawostronnie funkcją Blackman-Harris'a. Środkowy wykres po prawej stronie przedstawia wyznaczoną wg opracowanego algorytmu charakterystykę P-spectrum. Przyjęto, że maksymalna wartość charakterystyki p-spectrum powinna być większa niż 0,1 (wartość regulowana). Jeśli ten warunek nie jest spełniony program informuje o tym miganiem czerwonego kwadratu umieszczonego po prawej stronie wykresu, gdyż poziom sygnału do analizy może nie być wystarczający. Wykres w prawym górnym rogu kolorem zielonym przedstawia znormalizowaną do 1 charakterystykę p-spectrum a kolorem czerwonym charakterystykę p-spectrum przefiltrowaną z wykorzystaniem dolnoprzepustowego filtru Butterworth'a drugiego rzędu o górnej częstotliwości, która może być regulowana w okienku "FILTR". Wartością domyślną jest 0.02.

Na podstawie analizy przefiltrowanej charakterystyki p-spectrum metodą PCA dokonana zostaje identyfikacja – RDX/nie RDX. W przypadku pozytywnej identyfikacji duży prostokątny przycisk zmienia kolor na czerwony.

Dodatkowo:

- program umożliwia automatyczne wyznaczenie wartości maksymalnych dla obu charakterystyk p-spectrum – są to wartości w okienkach umieszczonych w prawej górnej części obu tych wykresów (kolor niebieski);
- poprzez ruchome wskaźniki (żółte pionowe linie) operator może manualnie określić wartość częstotliwości dla interesującego punktu charakterystyki – odczyt częstotliwości znajduje się w lewym dolnym okienku przy każdym wykresie.

Program wyłącza się przyciskiem "STOP". Przycisk "ZAPISZ" powoduje zapisanie do pliku przebiegów czasowych impulsów, p-sygnału, p-spectrum oraz wyniku identyfikacji.

# 8.2.11. Moduł przetwarzania sygnałów i identyfikacji materiałów

Rysunek 8.2.22. przedstawia schemat przetwarzania sygnałów i identyfikacji materiałów w opracowanym programie:

- 1. W pierwszym kroku program inicjalizuje komunikację z Kontrolerem TDS Jednostki głównej Spectra 3000.
- 2. Następnie następuje otwarcie połączenia.

- 3. W każdym kroku pętli głównej programu następuje odczyt impulsów z Jednostki głównej Spectra 3000 i uśrednianie (tzw. średnia krocząca)
- 4. Uśredniony przebieg poddany jest analizie metodą p-spectrum.
- 5. W module Wizualizacja otrzymane charakterystyki p-spectrum są normalizowane, mogą być znajdowane punkty szczególne itp.
- 6. Równolegle następuje odczyt z plików współczynników metody PCA
- 7. Identyfikacja zastosowaną metodą.



Rys. 8.2.22 Schemat przetwarzania sygnałów i identyfikacji materiałów.

Do komunikacji między jednostką główną Spectra 3000 wykorzystywany jest protokół TCP/IP. Do przesyłania danych między jednostką główną Spectra 3000 wykorzystywany jest protokół UDP. Do przesyłania komunikatów między maszynami protokół UDP używa podstawowego protokołu IP i ma tę samą niepewną, bezpołączeniową semantykę dostarczania datagramów co IP - nie używa potwierdzeń w celu upewnienia się, o dotarciu komunikatów, nie porządkuje przychodzących komunikatów i nie zapewnia mechanizmu kontroli szybkości przesyłania danych między maszynami. Z tego powodu komunikaty UDP mogą być gubione, duplikowane lub przychodzić w innej kolejności niż były wysłane, ponadto pakiety mogą przychodzić szybciej niż odbiorca może je przetworzyć. Program użytkowy korzystający z UDP bierze na siebie odpowiedzialność za rozwiązanie problemów niezawodności, w szczególności za gubienie komunikatów, ich duplikowanie, opóźnienia, dostarczenie w niewłaściwej kolejności i utratę łączności z adresatem. Ponieważ sieci lokalne dają dużą niezawodność i małe opóźnienia wiele programów opartych na UDP dobrze pracuje w sieciach lokalnych, ale może zawodzić w większych intersieciach TCP/IP.

Dane pomiarowe z jednostki Spectra 3000 rozgłaszane są przy pomocy protokołu UDP na zasadzie broadcastu naraz do wielu urządzeń w sieci Ethernet. Aplikacja klienta nasłuchuje komunikatów skierowanych do wszystkich urządzeń na raz od oprogramowania Spectra 3000. Rozsyłanie danych do każdego możliwego odbiorcy, pozwala na wysłanie danych tylko raz, a wszyscy odbiorcy dostają ich kopie.

Moduł ten zrealizowano z wykorzystaniem technologii usług internetowych. Do komunikacji wykorzystano protokół SOAP (*Simple Object Access Protocol*). Rozwiązanie to pozwala na wywoływania zdalnego dostępu do obiektów z wykorzystaniem XML do kodowania wywołań i protokołu HTTP do ich przenoszenia. Obsługę komunikacji zrealizowana została z wykorzystaniem pakietu LabView/Python po stronie klienta i Python po stronie serwera. Główne zaimplementowane i obsługiwane wywołania usług sieciowych to:

- Acquire(X) pobierz dane, gdzie X ilość pomiarów w serii.
- AbortAcquisition() i AbortScan() zatrzymanie procesów pomiarowych.
- SetBroadcastPort(port\_nr) i GetBroadcastPort() ustawianie i sprawdzanie portu do rozsyłu danych pomiarowych.

#### 8.2.12. Wyniki badań

#### a/ Szacowanie skuteczności systemów detekcyjnych:

Zastosowanie automatycznych systemów wspierania podejmowania decyzji w obszarze systemów bezpieczeństwa do wykrywania oraz przeciwdziałania zagrożeń związane jest z wyborem pomiędzy dwiema możliwościami. Hipotezę, którą sprawdzamy (czy mamy do czynienie z zagrożeniem) określa się jako hipotezę zerową H0. Każdą dopuszczalną hipotezę – poza zerową – określa się hipotezą alternatywą H1. Należy zatem wybrać jedną z hipotez, tak, aby podjęta decyzja odpowiadała rzeczywistości. Błędnie podjęta decyzja dla tego rodzaju systemów decyzyjnych może być bardzo kosztowna i z tego powodu dąży się do minimalizacji strat, wynikłych w przypadku niewłaściwej decyzji. W opisanym przypadku należy liczyć się z występowaniem dwóch rodzajów błędów. Błąd I rodzaju tzw. błąd odrzucenia, dotyczy odrzucenia hipotezy, że mamy do czynienie z zagrożeniem, podczas gdy w rzeczywistości takie zagrożenie istnieje. Błąd II rodzaju (błąd przyjęcia) związany jest z przyjęciem hipotezy, że zagrożenie istnieje gdy w istocie ono nie występuje. Ogólnie błędy popełniane przy testowaniu hipotez można przedstawić zgodnie z tabelą 8.2.1.

		Rzeczywistość	
		H <sub>0</sub>	H <sub>1</sub>
Decyzja	H <sub>o</sub>	Poprawne przyjęcie	Błąd II rodzaju
	H <sub>1</sub>	Błąd I rodzaju	Poprawne odrzucenie

Tabela 8.2.1. Błędy popełniane przy podejmowaniu decyzji.

Rozmiary tych błędów to pewne prawdopodobieństwa. Zasadniczym zadaniem jest zminimalizowanie obu błędów równocześnie poprzez zastosowanie swego rodzaju kompromisu. Zwykle konstruuje się tzw. testy najmocniejsze, które dla ustalonego prawdopodobieństwa I rodzaju minimalizują prawdopodobieństwo błędu II rodzaju. Jakość takiego podejścia najlepiej obserwować za pomocą krzywych charakterystycznych. Na układ wykrywania można spojrzeć jak na model, który służy do zdiagnozowania dwóch stanów: dobry/zły (o odpowiada "jest zagrożenie" lub jego nie ma). Dla wybranego progu 0 < t < 1, model liczy prawdopodobieństwa stanu "dobry". Dla wyników powyżej t szacowany jest stan "dobry", w przeciwnym razie jest "zły". Oznacza to występowanie czterech możliwości:

- 1. TP (ang. true positive) model przewidział "dobry" oraz zaobserwowano "dobry",
- 2. TN (ang. true negative) model przewidział "zły" oraz zaobserwowano "zły",
- 3. FP (ang. false positive) model przewidział "dobry" oraz zaobserwowano "zły",
- 4. FN (ang. false negative) model przewidział "zły" oraz zaobserwowano "dobry"

Ocena skuteczności, stanowi drugi etap w procesie konstruowania klasyfikatora. Realizowane jest to na różne sposoby, na bazie obserwacji niewykorzystanych do budowy klasyfikatora poprzez

zbadanie zgodności wyników klasyfikacji z rzeczywistymi danymi. W wyniku oceny obliczana jest tablica kontyngencji. Pozwala ona na wyznaczenie błędu predykcji. Może on być wyrażany poprzez wiele wskaźników. Podstawowe to czułość i specyficzność. Czułość (ang. *sensitivity*) opisuje jaki procent zagrożeń zostanie poprawnie zdiagnozowanych, natomiast specyficzność (ang. *specifity*) określa jaki procent zagrożeń zostanie poprawnie zdiagnozowanych jako – zagrożenie. Krzywa ROC jest to wykres współczynnika TPF, na osi pionowej przeciwko współczynnikowi FPF na osi poziomej dla wszystkich wartości progowych t realizowanej w sposób następujący:

Klasyfikuj obiekt x do populacji pierwszej (zagrożenie - RDX i pochodne), gdy

$$\widehat{p}(1|x) > t\widehat{p}(0|x), \tag{8.2.3}$$

Wartość t jest pewną nieujemną wartością progową. Krzywa ROC jest to zatem rodziną punktów (FPF, TPF) obrazująca zależność między zdolnością wyróżniania przypadków pozytywnych i negatywnych dla różnych parametrów modelu. Aby teraz zmierzyć jakość modelu liczy się pole pod krzywą ROC. Im wielkość tego pola bliższa 1 tym zdolność modelu do przewidywania stanu "dobry" lepsza, pole bliskie 0,5 oznacza model bardzo słaby (losowy).

## 8.2.13. Ocena efektywności detektora THz

W celu otrzymania macierzy kontyngencji, czyli informacji o skuteczności podejmowania poprawnych decyzji przeprowadzono zbiór pomiarów mających na celu potwierdzenie skuteczności proponowanej metody identyfikacji heksogenu i jego pochodnych. Do oceny systemu zastosowano powszechnie używane wskaźniki:

- liczbę TP (ang. true positive) detektor wskazał RDX a mierzono RDX,
- liczbę FP (ang. false positive) detektor wskazał RDX a mierzono nie-RDX,
- liczbę TN (ang. true negative) detektor wskazał nie-RDX a mierzono nie-RDX,
- liczbę FN (ang. false *negative*) detektor wskazał nie-RDX a mierzono RDX,
- dokładność (ang. accuracy)
- specyficzność (and. specificity)
- współczynnik kappa opiera się na porównaniu zgodności zaklasyfikowania w przypadku dwóch porównywanych pomiarów ze zgodnością, jaką pomiary te osiągnęłyby przy całkowicie losowym rozmieszczeniu elementów w kategoriach, czyli wtedy, gdyby pomiędzy tymi pomiarami nie było żadnej zależności. W praktycznym ujęciu wyznaczany jest zgodnie z zależnością

$$kappa = \frac{\text{zgodność obserwowana-zgodność oczekiwana}}{(1-\text{zgodność oczekiwana})}$$
(8.2.4)

Wartość współczynnika kappa osiąga "l" przy całkowitej zgodności obu klasyfikacji. Najprostsza praktyczna interpretacja współczynnika kappa jest przyjęta dość arbitralnie:

- wysoka zgodność kappa > 0.75
- akceptowalna zgodność 0.4 < kappa < 0.75
- niska zgodność kappa < 0.4

Badaniu przy pomocy detektora poddano próbki materiałów posiadających piki spektralne w zakresie 0,5-1,5 THz, czyli RDX, PABA, laktozę i kwas winowy w postaci pastylek oraz proszku i pasty w woreczku polietylenowym. RDX w postaci pasty to PMW (plastyczny materiał wybuchowy), a w

postaci sproszkowanej występował jako proszek (cienkoziarnisty przypominający cukier puder) i gruboziarnisty (przypominający cukier kryształ). Do badań wytypowano 10 różnych próbek. Badane próbki zostały przykryte od strony padającego promieniowania terahercowego różnymi materiałami przepuszczalnymi dla promieniowania terahercowego: folią polietylenową (cienką i grubą), papierem (cienkim i grubym) oraz cienką tkaniną (bawełna). Dla każdego materiału przykrywającego, wykonano 100 pomiarów dla każdej próbki. Wyniki działania systemu wykrywania przedstawiono w tabelach 8.2.2-7. Tabela 8.2.8. przedstawia opisane powyżej wskaźniki skuteczności metody identyfikacji.

	RDX	PABA	Laktoza	Kw.	Suma	Procent
				winowy		
RDX pastylka	100				100	100
PABA pastylka		98	2		100	98
Laktoza pastylka	1	2	97		100	97
Kw. winowy pastylka				100	100	100
PMW (w foli)	95	5			100	95
Laktoza (pasta)	1		99		100	99
PABA proszek	6	87	3	4	100	87
Kw. winowy proszek	4	6	1	89	100	89
RDX proszek	92	4	4		100	92
RDX kryształ	83	7	4	6	100	83
Suma	382	209	210	199	1000	94

Tabela 8.2.2. Wyniki badań przy cienkiej foli (Pomiar 1).

Tabela 8.2.3 Wyniki badań przy grubej foli (Pomiar 2).

	RDX	PABA	Laktoza	Kw. winowy	Suma	Procent
RDX pastylka	100				100	100
PABA pastylka	3	95		2	100	95
Laktoza pastylka	3	3	94		100	94
Kw. winowy pastylka		1		99	100	99
PMW (w foli)	94	5	1		100	94
Laktoza (pasta)	2	2	96		100	96
PABA proszek	11	81	5	3	100	81
Kw. winowy proszek	4	10	1	85	100	85
RDX proszek	84	10	5	1	100	84
RDX kryształ	80	11	4	5	100	80
Suma	381	218	206	195	1000	90.8

Tabela 8.2.4.	Wyniki ba	adań przv	cienkim	papierze	(Pomiar 3).
100010 0.2.1.	v y mini oc		cicilian	pupicize	(i onnai 3).

	RDX	PABA	Laktoza	Kw. winowy	Suma	Procent
RDX pastylka	100				100	100
PABA pastylka		97	2	1	100	97
Laktoza pastylka	2	1	97		100	97
Kw. winowy pastylka				100	100	100
PMW (w foli)	93	5	2		100	93
Laktoza (pasta)	1	1	98		100	98
PABA proszek	6	85	5	4	100	85
Kw. winowy proszek	4	6	2	88	100	88
RDX proszek	84	6	4	6	100	84
RDX kryształ	77	10	4	9	100	77
Suma	363	217	212	208	1000	91.9

Tabela 8.2.5. Wyniki badań przy grubym papierze (Pomiar 4).

	RDX	PABA	Laktoza	Kw. winowy	Suma	Procent
RDX pastylka	99	1			100	99
PABA pastylka	1	95	2	2	100	95
Laktoza pastylka	1	1	97	1	100	97
Kw. winowy pastylka		2		98	100	98
PMW (w foli)	92	4	1	3	100	92
Laktoza (pasta)	1	2	97		100	97
PABA proszek	7	84	5	4	100	84
Kw. winowy proszek	3	8	2	87	100	87
RDX proszek	84	8	5	3	100	84
RDX kryształ	75	12	3	10	100	75
Suma					1000	90.8

Tabela 8.2.6. Wyniki badań przy bawełnie (Pomiar 5).

	RDX	PABA	Laktoza	Kw. winowy	Suma	Procent
RDX pastylka	98	1	1		100	98
PABA pastylka	1	98	1		100	98
Laktoza pastylka	1	3	95	1	100	95
Kw. winowy pastylka	2			98	100	98
PMW (w foli)	85	5	3	7	100	85
Laktoza (pasta)	1	4	95		100	95
PABA proszek	8	82	4	6	100	82
Kw. winowy proszek	7	10	2	81	100	81
RDX proszek	69	14	8	8	100	69
RDX kryształ	79	9	5	7	100	79
Suma	351	226	214	209	1000	88

	RDX	PABA	Laktoza	Kw. winowy	Suma	Procent
RDX pastylka	95	3	1	1	100	95
PABA pastylka	3	93	3	1	100	93
Laktoza pastylka	2	3	94	1	100	94
Kw. winowy pastylka	3	2		95	100	95
PMW (w foli)	77	13	4	6	100	77
Laktoza (pasta)	2	5	91	2	100	91
PABA proszek	15	65	9	11	100	65
Kw. winowy proszek	14	17	7	62	100	62
RDX proszek	58	22	11	9	100	58
RDX kryształ	69	13	7	11	100	63
Suma	338	236	227	199	1000	79.3

Tabela 8.2.7. Wyniki badań przy cienkiej folii i bawełnie (Pon	1iar 6).
--	----------

Tabela 8.2.8. Zestawienie wskaźników skuteczności metody identyfikacji

Pomiar	1	2	3	4	5	6	Średnia
TP [ilość]	370	358	354	350	331	299	343,67
FP [ilość]	12	23	13	13	20	39	20,00
TN [ilość]	588	577	587	587	580	561	580,00
FN [ilość]	30	42	46	50	69	101	56,33
Dokładność	0,93	0,90	0,89	0,88	0,83	0,75	0,86
Specyficzność	0,98	0,96	0,98	0,98	0,97	0,94	0,97
Карра	0,91	0,86	0,87	0,82	0,81	0,68	0,83

.

Ww. wskaźniki skuteczności metody identyfikacji RDX wskazują wysoką skuteczność opracowanego detektora. Dokładność, interpretowana jest także jako prawdopodobieństwo pozytywnej detekcji wynosi średnio około 86%. Także, specyficzność mówiąca o potencjale detektora do identyfikacji negatywnych wyników jest bardzo wysoka i wynosi 97% (średnia), co oznacza średni błąd I rodzaju na poziomie 3% .Natomiast średni błąd II rodzaju (1-czułość) wynosi 12%. Średni współczynnik kappa na poziomie 0,83 wskazuje na wysoką zgodność obu klasyfikacji.

Z powyższych tabeli widać także, że detektor lepiej klasyfikuje materiały w postaci pastylek od past i proszków. Jest to związane z tym, iż powierzchnia pastylek jest gładka oraz płaska i dlatego lepiej odbija promieniowanie terahercowe. Natomiast, powierzchnie odbijające w przypadku past i proszków są bardziej nierówne i chropowate i z powodu rozpraszania mniej promieniowania wraca do detektora, co czyni proces identyfikacji trudniejszym. Jak należało się spodziewać, najlepsze wyniki osiągane są dla przypadków, kiedy warstwa pokryciowa jest cienka (cienka folia i papier). Wraz ze wzrostem grubości warstwy jej tłumienie rośnie a przecież fala THz musi przejść przez warstwę pokryciową dwukrotnie.

#### 8.2.14. Podsumowanie

Opracowano nowatorską metodę przetwarzania sygnałów. Podstawą projektowanego czujnika jest spektrometr TDS (*Time Domain Spectroscopy*), którego użyteczny zakres pracy w rozpatrywanej konfiguracji wynosi 0,4-2THz. Powyższy układ generuje i detektuje impuls promieniowania THz o czasie trwania około 1ps. Opracowana metoda przetwarzania sygnałów pozwala on na wykrycie i identyfikację Heksogenu i jego pochodnych, np. C4 w opakowaniu wykonanym z przepuszczalnego dla THz materiału (np. folia polietylenowa, papier, cienkie ubranie).

W skład opracowanego układu optyczno-mechaniczny wchodzą paraboliczne zwierciadła pozaosiowe wraz z uchwytami do skupiania promieniowania terahercowego na badanym przedmiocie oraz stolik do umieszczania na nim badanych przedmiotów. Impulsy THz odbite od badanych materiałów są przetwarzane w oprogramowaniu przygotowanym w LabView. Przetworzone informacje spektralne są podstawą do identyfikacji z użyciem analizy składowych głównych (PCA). Dla badanych próbek przykrytych jedną warstwą materiału uzyskano bardzo wysoki współczynniki wykrycia RDX i jego pochodnych w różnych formach: sprasowanej pastylki, proszku i materiału plastycznego. Uzyskano średnie prawdopodobieństwo pozytywnej detekcji na poziomie 86%.

Oczywiście, przedstawiony detektor THz jest dość dużym i drogim urządzeniem, gdyż bazuje na profesjonalnym spektrometrze TDS, który jest dostępny w IOE WAT. W ostatnich kilku latach obserwuje się dynamiczny rozwój technologii terahercowej, w tym rynku urządzeń TDS, i dlatego są już dostępne na rynku znacznie mniejsze i tańsze urządzenia tego typu, które mogą być podstawą do opracowania prototypu takiego detektora. Natomiast, głównym osiągnięciem tego zadania jest opracowanie nowatorskiej: konfiguracji sprzętowej i układu optomechanicznego, metody analizy sygnałów, metody klasyfikacji oraz oprogramowania sterującego pracą detektora.

# 8.3. Zintegrowany, wieloczujnikowy system do nawodnej i podwodnej ochrony portu morskiego

# 8.3.1. Wstęp

Porty morskie, z racji usytuowania geopolitycznego naszego kraju, odgrywają istotną rolę w gospodarce. Z jednej strony są naturalnymi węzłami transportowymi łączącymi lądowe systemy komunikacji z morskimi szlakami przewozowymi. Ten fakt powoduje, że mogą być miejscem szczególnie narażonym na różnego rodzaju działania grup przestępczych czy terrorystycznych. Atak na rozlokowane w portach elementy infrastruktury krytycznej, takie jak: zbiorniki paliwa, gazu, amoniaku, instalacje przeładunku ropy naftowej, place składowe, terminale pasażerskie i inne mógłby spowodować ogromne straty materialne oraz wpłynąłby niekorzystnie na funkcjonowanie całego regionu i państwa. Z drugiej strony porty morskie są doskonałym miejscem przemytu broni, materiałów wybuchowych i innych materiałów niebezpiecznych.

Wychodząc naprzeciw działaniom antykryzysowym zaproponowano tu opracowanie i wykonanie demonstratora wielokryterialnego systemu ochrony portu morskiego (ze szczególnym uwzględnieniem gazoportu Świnoujście), umożliwiający kompleksowy monitoring potencjalnych zagrożeń ważnych obiektów morskich.

Przedstawiany demonstrator systemu ochrony zakłada zastosowanie i rozmieszczenie poszczególnych jego elementów (sensorów, bloków funkcjonalnych, interfejsów narzędziowych i programowych oraz konsoli operatora) w miejscach umożliwiających skuteczną ochronę portu od strony lądu i morza ze szczególnym uwzględnieniem zobrazowania sytuacji nawodnej i podwodnej.

Nowoczesne systemy monitoringu naziemnego, nawodnego i podwodnego charakteryzują się bardzo dużymi możliwościami obserwacyjno- pomiarowymi i odgrywają istotną rolę we współczesnych systemach zabezpieczeń.

Modelowy system lądowej i nawodnej ochrony perymetrycznej posiada:

- a) radary fal milimetrowych krótkiego zasięgu, wykrywające małe cele i obiekty pływające, do ochrony naziemnej i nawodnej;
- b) dwie sprzężone technologie wizualizacji i identyfikacji sceny alarmu: kamery wizyjne i termowizyjne;
- c) system Command & Control przekazujący wizyjny obraz alarmu siłom reagowania.

Wizualizację i identyfikację sceny alarmu w całodobowym reżimie wykonują kamery: wizyjna i termowizyjna sprzężona softwerowo z radarem. W wielu systemach na jednej platformie znajdują się trzy technologie falowe (wizyjna, IR i mikrofalowa). Taki system po detekcji intruza podejmuje jego automatyczne śledzenie (tracking) i automatyczne sygnalizowanie obrazu intruza operatorowi. Ponadto taki system spełnia wymagania użycia dwóch technologii do wykrywania: radar i zespół kamerowy.

Radarowo-kamerowe systemy, jako systemy ochrony perymetrycznej trzeciej generacji są na wczesnym etapie rozwoju. W handlu nie są jeszcze dostępne kompletne moduły systemów dla platformy obserwacyjnej.

Wystąpienie ataku terrorystycznego na terenie portu od strony morza jest również możliwe i porównywalne do ataku od strony lądu. Próba przedostania się na teren portu może być zrealizowana za pomocą małych środków nawodnych takich jak: małe łodzie motorowe, kajaki, deski windsurfingowe, tratwy czy dryfujące urządzenia wybuchowe oraz pływaków wyposażonych w broń lub materiały wybuchowe.

Wykrycie obiektu jest możliwe między innymi za pomocą pasywnych systemów pomiarowych, a w szczególności z wykorzystaniem odpowiednio usytuowanych barier magnetycznych, hydroakustycznych oraz pasywnych modułów pomiarowych. Obie bariery powinny mieć możliwość detekcji pojawienia się w obszarze obserwacji obiektu oraz identyfikacji, lokalizacji i śledzenia wykrytych obiektów. Dodatkowo, aby zwiększyć niezawodność systemu w zakresie wykrywania obiektów pływających w rejonie portu należy rozmieścić pasywne moduły pomiarowe, które będą wyposażone w czujniki pól fizycznych okrętów.

# 8.3.2. Założenia funkcjonalne wieloczujnikowego systemu monitorowania powierzchni naziemnej i nawodnej oraz przestrzeni podwodnej

Rozważany system ochrony portu – terminala morskiego odbioru płynnego gazu w założeniu powinien posiadać autonomiczny system obserwacji powierzchniowej naziemnej i nawodnej oraz autonomiczny system monitorowania przestrzeni podwodnej. Potrzeba autonomiczności tych systemów wynika z potrzeby wskazania na możliwość ich niezależnego powielania i użycia do budowy systemu ochrony perymetrycznej niezależnie lądowej i podwodnej. Integracja obu systemów umożliwi efektywną ochronę nawodną i podwodną portu – terminala morskiego odbioru gazu.

Lokalizacja systemów obserwacji nawodnej i podwodnej jest zdeterminowana koniecznością lokalizacji czujników w sposób umożliwiający fizyczny kontakt z strefą obserwacji - monitoringu. System obserwacji nawodnej radarowo - wizyjny, o zasięgu rzędu 800 - 1200m, może być zlokalizowany na jednej platformie w bliskiej strefie przybrzeżnej lub terminala na falochronie.

Lokalizacja systemu obserwacji podwodnej jest bardziej złożona, jako że bariery akustyczna i magnetyczna muszą być rozłożone bezpośrednio w miejscu nadzoru, zaś sonar w zależności od konfiguracji dna morskiego i zakresu kątowego pola widzenia. Oba systemy obserwacji nawodnej i podwodnej posiadają różne algorytmy przetwarzania sygnałów i prezentacji wyników obserwacji, muszą zatem posiadać własne autonomiczne podstacje (subcentra) nadzoru przetwarzania i wizualizacji. Natomiast Centrum Nadzoru integrujące oba systemy powinno być zlokalizowane w Centrum Bezpieczeństwa portu – terminala morskiego czuwającego zarówno nad bezpieczeństwem składowania produktów gazowych na lądzie jak i nad bezpieczeństwem części morskiej gazoportu.

Biorąc pod uwagę specyfikę zagrożenia części lądowej i morskiej portu – terminala morskiego należy rozważać użycie różnych czujników do ochrony perymetrycznej lądowej i wodnej. Schemat integracji systemu obserwacji części wodnej gazoportu został przedstawiony na rys. 8.3.1.

Na rysunku przedstawiono pełny zintegrowany system monitoringu wodnej części portu. System zintegrowany monitoringu części wodnej portu składa się z:

- podsystemu monitoringu nawodnego;
- podsystemu monitoringu podwodnego;
- integratora systemu Centrum Nadzoru.

Są to trzy autonomiczne części systemu lokalizowane fizycznie w odpowiednich miejscach portu stosowanych do realizacji swych funkcji.



Rys. 8.3.1 Schemat integracji systemu obserwacji nawodnej i podwodnej portu – terminala morskiego odbioru gazu.

<u>Podsystem monitoringu nawodnego p</u>owinien posiadać cztery podstawowe elementy:

- platformę obserwacyjną: radar, kamery wizyjną i termowizyjną, kompas, GPS oraz autonomiczne systemy elektroniczne wstępnego przetwarzania;
- platformę subcentrum nadzoru z wyszczególnieniem funkcji realizowanych w odniesieniu do platformy obserwacyjnej. W realnym systemie niektóre funkcje mogą być realizowane na platformie obserwacyjnej jako integralne funkcje urządzeń obserwacji np. skanowanie, detekcja i tracking w radarze;
- platformę teletransmisyjną systemu teletransmisji wewnętrznej podsystemu obserwacji nawodnej;
- platformę zasilania elektrycznego urządzeń podsystemu.

Podsystem monitoringu podwodnego powinien posiadać również cztery podstawowe elementy:

- platformę obserwacyjną sonar, barierę akustyczną i magnetyczną. Jest to rozproszony zestaw czujników pełniący funkcje detekcji obszarów wodnych, co najmniej w zestawie sonar bariera. Przy szerokopasmowym polu widzenia sonara lub wielostrumieniowym sonarze możliwy jest monitoring co najmniej dwóch obszarów w kombinacji sonar bariera akustyczna i sonar bariera magnetyczna;
- platformę subcentrum nadzoru z wyszczególnieniem funkcji realizowanych w odniesieniu do platformy obserwacyjnej. W realnym systemie niektóre funkcje mogą być realizowane przy czujnikach jako integralne funkcje czujników np. skanowanie w sonarze.
- platformę telekomunikacji wewnętrznej podsystemu obserwacji podwodnej;
- platformę zasilania elektrycznego urządzeń podsystemu.

#### <u>Centrum Nadzoru – Integrator Systemu</u>

Integrator systemu jest podstawowym urządzeniem – integrujących informacje pozyskane w wyniku monitorowania przestrzeni wodnej portu:

- System złożony z jednego lub 2 komputerów i 2 3 monitorów pozwala prowadzić obserwację wizyjną wód portu, przy przejęciu obserwacji kamerowej przez operatora lub obserwację wykrytego zagrożenia przy automatycznym naprowadzeniu kamer przez radar;
- System Centrum Nadzoru posiada mapę cyfrową portu, na której automatycznie są nanoszone cele – zagrożenia wykryte i rozpoznane jako zagrożenia przez systemy obserwacji nawodnej i podwodnej, z podaniem parametrów i ruchu zagrożenia;
- Ponadto Centrum Nadzoru Integrator systemu powinien zapewnić automatyczną realizację niżej wymienionych funkcji;
  - Wyświetlanie statusu monitorowanego obszaru w czasie rzeczywistym;
  - Wyświetlanie danych na mapie cyfrowej;
  - Wektorowe dane o śledzonych obiektach;
  - Narzędzia do pomiaru parametrów celu (odległość, namiar, przechwycenie, czas dotarcia itp.);
  - Wizualizacja stref ostrzegania;
  - Wizualne i dźwiękowe ostrzeżenia w przypadku naruszenia strefy;
  - Nagrywanie i odtwarzanie zapisu śledzenia celów i zdarzeń;
  - Obliczenia parametrów przechwycenia celu pozwalające operatorowi określić konieczny kurs i prędkość łodzi patrolowej:
  - Integracja z transponderami AIS umożliwiająca wyświetlanie statków zdążających do terminala gazowego.

#### 8.3.3. Koncepcja zintegrowanego demonstratora technologii

Przedstawione wcześniej założenia funkcjonalne zostały przedstawione graficznie na rys. 8.3.2. Funkcje, jakie powinien pełnić system monitoring i ochrony wymienione są w kolumnie "System obserwacji". Wymieniony zestaw funkcji odnosi się zarówno do systemu obserwacji nawodnej i niezależnie do systemu obserwacji podwodnej. Z zadaniem spełnienia powyższych założeń funkcjonalnych została opracowana koncepcja funkcjonalnej i technicznej organizacji zintegrowanego demonstratora technologii. Zintegrowany demonstrator technologii w organizacji technicznej składa się z trzech podzespołów przedstawionych na rys. 8.3.

- 1. Platforma obserwacyjna podzespół obserwacji nawodnej.
- 2. Platforma obserwacyjna podzespół obserwacji podwodnej.
- 3. Integrator systemu integruje sub centra systemów nawodnej i podwodnej obserwacji.

W etapie budowy i badań laboratoryjnych i poligonowych demonstratorów technologii poszczególne podzespoły były realizowane jako autonomiczne.



# SYSTEM OBSERWACJI

Rys. 8.3.2. Procedura funkcjonowania zintegrowanego systemu wieloczujnikowego ochrony potu morskiego.



Rys. 8.3.3. Koncepcja funkcjonalnej i technicznej organizacji zintegrowanego demonstratora.

#### a/ Opis funkcji i wyposażenia przyrządowego podzespołu obserwacji nawodnej

Zakładamy, że zespół obserwacji nawodnej będzie pełnił jednocześnie funkcję obserwacji naziemnej w ramach zasięgu obserwacji i wolnej przestrzeni. Zespół obserwacji nawodnej będzie składał się z dwóch zestawów przyrządowych, pracujących w reżimie automatycznej funkcji wykrywania, lokalizacji naprowadzania i rozpoznania.

Zestaw składa się z:

- radaru o zasięgu pokrywającym obszar gazoportu (około 1500m w promieniu),
- zestawu kamerowego dzienno-nocnego widzenia i zobrazowania sceny obserwacji.

#### Działanie zestawu

Radar w automatycznym obrocie 360° prowadzi dookolną obserwację przestrzeni nawodnej gazoportu. Z uwagi na możliwe pofalowanie morza potrzeby wykrycia małych obiektów np. pływaków konieczne jest użycie radaru z pochyloną anteną i ustawienie go na wysokości, co najmniej 6 do 10m.

Zatem usytuowanie radaru powinno być w środkowej części budowanego falochronu gazoportu na usadowionej tam wieży. Zestaw kamerowy złożony z kamery wizyjnej i kamery termowizyjnej będzie osadzony na jednym pulpicie obrotowym. PTZ jest usytuowany na tym samym trójnogu, co radar. Radar i kamery tworzą zestaw softwerowo sprzęgnięty w reżimie pracy automatycznej i ręcznej (operator powinien mieć możliwość ręcznego sterowania kamerami lub całym zestawem.

Radar w dookolnej obserwacji wykrywa cel i lokalizuje go, co do kierunku i odległości na mapie cyfrowej w Sub Centrum Nadzoru (CN). System winien posiadać opcje: automatycznego naprowadzania zestawu kamerowego na wykryty obiekt celem wizualnego przedstawienia obiektu na ekranie monitora w CN do obserwacji przez operatora, rozpoznaniu rodzaju obiektu, oceny zagrożenia i podjęcie stosownych działań. Zakłada się funkcjonowanie systemu automat – człowiek w opcji "man in the loop" tzn. człowiek podejmuje decyzje o ogłoszeniu alarmu. W przypadku wykrycia przez radar kilku celów należy ustawić opcje naprowadzania kamer na najbliższy cel lub pierwszy wykryty, ale za skuteczną należy uznać opcje naprowadzania kamery z mapy po wskazaniu przez operatora, który wykryty obiekt chce oglądać. Rozpoznanie obiektu na podstawie zestawu kamer IR/VIS (termowizyjnej i wizyjnej) może być utrudnione przy zmiennych warunkach pogodowych, oświetleniowych i temperaturowych.

Uwzględniając powyższe należy zaopatrzyć system w dodatkową kamerę mogącą sprostać zmienno-pogodowym warunkom obserwacji. Po rozpoznaniu rynku kamer proponuje się użycie kamery typu LONG View zawierającej zestaw 4 kamer o zmiennych warunkach obserwacji:

- słabego oświetlenia (LLTV);
- przeciwmgielną;
- kolorową;
- panoramiczną.

Kamera ma sterowany obiektyw, rozpoznaje i identyfikuje obiekty do 10 km natomiast wykrywa do około 20 km. W celu umożliwienia skuteczniejszej identyfikacji obiektów przez operatora i określeniu zagrożenia w warunkach słabego oświetlenia i w nocy dodatkowo można dodać do zestawu Long View kamerę termalną dalszego zasięgu. W wyniku powyższych koncepcji powstanie platforma obserwacji nawodnej ( z użyciem do obserwacji naziemnej) w składzie:

- zestawu radarowo-kamerowego softwerowo sprzężonego do automatycznego monitoringu powierzchni wodnej gazoportu z możliwością wykrycia i rozpoznania;
- zestawu multispektralnego daleko zasięgowego ręcznie sterowanego przez operatora z możliwością naprowadzania automatycznego na obiekt wskazany na mapie umożliwiającego identyfikacje rodzaju wykrytych obiektów i określenie stopnia stwarzanego zagrożenia.

# b/ Opis funkcji i wyposażenia przyrządowego podzespołu obserwacji podwodnej

Podsystem obserwacji podwodnej został przedstawiony na rys. 8.3.3. Proponuje się wyposażyć platformę obserwacyjną podsystemu w sonar pełniący funkcje "radaru" podwodnego, jako aktywny środek obserwacji podwodnej i dwa systemy detekcji biernej:

- barierę magnetyczną;
- barierę akustyczną.

Sonar pełni funkcje wykrycia, śledzenia i lokalizacji wykrytego obiektu z możliwością lokalizacji na mapie portu. Natomiast bariery pełnią tylko funkcje wykrycia ruchomego obiektu i wskazanie kierunku jego przemieszczania. Platforma obserwacji podwodnej, jako krótko zasięgowa powinna być usytuowana w obszarze bezpośredniego niebezpieczeństwa. Po naniesieniu obiektu na mapę operator powinien mieć możliwość obserwacji powierzchni wody nad celem podwodnym przez kamerę Long View w celu rozpoznania zaburzenia powierzchni wody, jako pomocniczej obserwacji w określeniu zagrożenia.

## c/Integrator – Centrum Nadzoru Systemu

Centrum Nadzoru Systemu integrujące działania obu podsystemów może być realizowane, jako:

- 1. Centrum przejmujące funkcje obu podsystemów mające bezpośrednią łączność z platformami obserwacji zarówno nawodnej jak i podwodnej;
- 2. Centrum Nadzoru Integrator spinające softwerowo oba subcentra podsystemów nawodnej i podwodnej obserwacji.



Koncepcja Integratora – Centrum Nadzoru została przedstawiona na rys.8.3.4.

Rys. 8.3.4. Schemat stanowiska Zintegrowanego Centrum Nadzoru Wieloczujnikowego Systemu ochrony portu, konsolidującego podsystemy obserwacji nawodnej i podwodnej w spójny wieloczujnikowy system monitoringu i ochrony portu.

# 8.3.4. Badania poligonowe zestawu radaru i kamer demonstratora systemu ochrony nawodnej

W ramach prowadzonych prac opracowano i wykonano kompletny demonstrator systemu dla potrzeb ochrony nawodnej i naziemnej ochrony portu morskiego. Jego finalne poszczególne części składowe przedstawiają rys. 8.3.5 w części stanowiska Administratora i rys. 8.3.6 w części modułów czujnikowych.



Rys. 8.3.5. Wizualizacja sprzętu Centrum Nadzoru demonstratora systemu ochrony nawodnej i naziemnej portów morskich.



Rys. 8.3.6. Wizualizacja sprzętu modułów czujnikowych demonstrat naziemnej portów morskich.

Testy poligonowe miały za zadanie sprawdzenie tej części systemu ochrony, analizę poprawności działania metod poprawy jakości obrazów zastosowanych w oprogramowaniu sterującym pracą

systemu, analizą poprawności działania fuzji danych, fuzji obrazów oraz weryfikacją parametrów kamer (w szczególności parametrów zasięgowych). Jako obiekty weryfikujące poprawność działania tych wybranych elementów oprogramowania użyto: jednoosobowego pojazdu podwodnego, szybkiego skutera wodnego jednoosobowego, łodzi motorowodnej (rys. 8.3.7) typu RIB S-6100K "Academos" (imitator małej szybkiej jednostki pływającej) oraz jednostki pływającej o długości kadłuba 10 m. Obiekty te imitowały małe, szybkie jednostki pływające które mogą być używane podczas napadów terrorystycznych.





Rys. 8.3.7. Łódź motorowodna typu RIB S-6100K "Academos".

Badania testowe polegały na przeprowadzeniu szeregu rejestracji każdego z obiektów podczas poruszania się z różną prędkością, z różnymi kursami zbliżania wraz z manewrami jego zmiany, w różnych warunkach pogodowych i różnych porach dnia. W ten sposób zweryfikowano następujące elementy systemu oprogramowania zainstalowanego w Sub Centrum Nadzoru:

- poprawność naprowadzania zestawu kamer na wykryty obiekt przez radar;
- automatyczne dobierania parametrów kamer do obserwowanego obiektu (autofocus);
- poprawność działania procedury śledzenia wykrytego obiektu;
- poprawność procedur poprawy jakości obrazu podczas śledzenia obiektu za pomocą kamer;
- poprawność działania procedur fuzji obrazów.

Wszystkie testy zostały przeprowadzone w obu trybach pracy oprogramowania: automatycznym i ręcznych sterowaniu działaniem systemu.

Demonstrator technologii systemu ochrony naziemnej i nawodnej został zainstalowany na wybrzeżu Zatoki Gdańskiej. Rys. 8.3.8 przedstawia schemat miejsca zainstalowania urządzeń demonstratora na testach poligonowych. Zasięgi kamery dalekozasięgowej demonstratora technologii na testach poligonowych przedstawia rys. 8.3.9. Zasięgi zespołu kamer PTZ50MS demonstratora technologii na testach poligonowych przedstawia rys. 8.3.10. Zasięgi wykrycia radaru mikrofalowego demonstratora technologii na testach poligonowych przedstawia rys. 8.3.10. Zasięgi wykrycia radaru mikrofalowego demonstratora technologii na testach poligonowych przedstawia rys. 8.3.10. Zasięgi wykrycia radaru mikrofalowego demonstratora technologii na testach poligonowych przedstawia rys. 8.3.11. Strefy detekcji przybrzeżnej demonstratora technologii na testach poligonowych przedstawia rys. 8.3.12. Ekrany zarejestrowane podczas testów demonstratora - wykryte obiekty (płetwonurek, łodzie) przez radar i obrazy zarejestrowane przez zestaw kamer o różnych porach dnia i nocy przedstawiono na rys. 8.3.13 - 8.3.15.



Rys. 8.3.8. Schemat położenia i zobrazowania urządzeń demonstratora na testach poligonowych.



Rys. 8.3.9. Zasięgi kamery dalekozasięgowej demonstratora technologii na testach poligonowych.



Rys. 8.3.10. Zasięgi zespołu kamer PTZ50MS demonstratora technologii na testach poligonowych.


Rys. 8.3.11. Zasięgi wykrycia radaru mikrofalowego demonstratora technologii na testach poligonowych.



Rys. 8.3.12. Strefy detekcji przybrzeżnej demonstratora technologii na testach poligonowych.





Rys. 8.3.13. Ekrany zarejestrowane podczas testów demonstratora - wykryty obiekt (łódź) przez radar i obrazy zarejestrowane przez zestaw kamer przy różnych porach dnia.





Rys. 8.3.14. Ekrany zarejestrowane podczas testów demonstratora - wykryty obiekt (łodzie) przez radar i obrazy zarejestrowane przez zestaw kamer.



Rys. 8.3.15. Ekrany zarejestrowane podczas testów demonstratora - wykryty obiekt (płetwonurek) przez radar i obrazy zarejestrowane przez zestaw kamer.

#### 8.3.5. Podsumowanie

Opracowany demonstrator poddany został procedurze testów integracyjnych. Uwzględniały one wykorzystanie wszystkich podsystemów ochrony naziemnej, nawodnej i podwodnej. Wielokrotnie przeprowadzono testy o charakterze poligonowym w celu wyeliminowania błędów w opracowywanym algorytmie programowym – głownie skupiono się na procedurach, w których zawarto elementy fuzji danych z poszczególnych czujników oraz fuzji obrazów z zestawu kamer. Każda z przeprowadzonych procedur testowych skupiona była na udoskonaleniu Interfejsu Operatora i dostosowania go możliwych zdarzeń związanych z obsługą incydentów technicznych. W ramach testów poligonowych wprowadzono do konsoli danych grupę zakładek umożliwiających sterowanie indywidualnymi czujnikami jak i archiwizacją zdarzeń nie obsłużonych np. podczas krótkotrwałej nieobecności operatora.

Testy poligonowe i wprowadzone korekty w działaniu systemu pozwoliły na przeprowadzenie testów demonstratora na terenie przeznaczenia tj. na obszarze akwenu wodnego Zatoki Gdańskiej. Wykonane i przebadane demonstratory technologii mogą być stosowane oddzielnie do ochrony nawodnej i oddzielnie do ochrony podwodnej. Mogą być powielane jako systemy autonomiczne lub integrowane w jeden spójny system do kompleksowej ochrony portów morskich. Oferują one nowe możliwości w zakresie ochrony obiektów infrastruktury krytycznej i stanowią istotny krok w rozwoju rozwiązań z zakresu optoelektronicznych, elektronicznych i akustycznych technologii informacyjnych. W związku z powyższym jak najbardziej uzasadniona jest kontynuacja prac nad tematyką multifalowych systemów ochrony oraz dążenie do wdrożenia technicznego niniejszego projektu.

## 9. Optoelektroniczne sensory do zastosowań w medycynie, ochronie środowiska i bezpieczeństwie państwa

Rozwój nowych źródeł promieniowania optycznego, a w szczególności kwantowych laserów kaskadowych (ang. Quantum Cascade Lasers – QCL's), ugruntował możliwości badania materii w nowych zakresach widmowych, oraz stworzył podstawy do budowy zaawansowanych systemów i urządzeń mających zastosowania w diagnostyce medycznej, ochronie środowiska, badaniach naukowych, czy aplikacjach militarnych. W Zespole Detekcji Sygnałów Optycznych, Instytutu Optoelektroniki WAT od kilku lat prowadzone są prace nad opracowaniem wysokoczułych sensorów pod kątem ich zastosowania w ochronie środowiska, wykrywaniu materiałów wybuchowych, oraz markerów chorobowych.

### 9.1. Optoelektroniczny sensor ditlenku azotu

Niezwykle ważnym problemem we współczesnym świecie są zagrożenia wynikające z zanieczyszczeń atmosfery. Mogą być one spowodowane zdarzeniem losowym, działalnością przemysłową lub rolniczą człowieka, a nawet jego celowym działaniem. Aby ograniczyć skalę takich zagrożeń należy jak najszybciej wykryć w powietrzu niepożądane związki chemiczne. Wczesne wykrycie jeszcze śladowych ilości tych niebezpiecznych związków może umożliwić uniknięcie poważnych w skutkach zagrożeń bezpieczeństwa, poprzez lokalizację oraz zabezpieczenie źródła zagrożenia, a także podjęcie stosownych działań ostrzegawczych i prewencyjnych. Wykrycie śladowych ilości niebezpiecznych związków chemicznych umożliwia jedna z najnowocześniejszych technik spektroskopii absorpcyjnej - technika CRDS (ang. Cavity Ring Down Spectroscopy). W literaturze polskiej przyjęła się nazwa spektroskopia strat we wnęce optycznej (SSWO). Rozwój wydajnych niebieskich i fioletowych diod laserowych datuje się od 1992 roku. W Polsce prace nad tego rodzaju laserami podjęto w pierwszej połowie lat 90-tych ubiegłego stulecia. Żródła te zaczęto wykorzystywać w eksperymentach nad sensorami ditlenku azotu dopiero od roku 1997, a w Polsce od 2005 roku. W SSWO wykorzystuje się zjawisko magazynowania światła we wnęce optycznej, a do detekcji gazów efekt zmniejszenia dobroci rezonatora optycznego, zachodzący, gdy pojawia się w nim absorber [1,2]. Głównym celem prowadzonych prac było opracowanie kompaktowego, przenośnego czujnika przeznaczonego do detekcji i określenia stężenia niebezpiecznych gazów zawartych w powietrzu, a w szczególności ditlenku azotu.

#### 9.1.1. Idea pracy sensora NO2

Idea pracy sensora polega na wykorzystaniu absorpcyjnej metody detekcji gazów. W metodzie tej stosuje się źródło promieniowania oraz wysokoczuły fotoodbiornik rejestrujący promieniowanie docierające ze źródła (rys. 9.1.1).



Rys. 9.1.1. Zasada działania absorpcyjnej metody detekcji gazów.

Źródłem promieniowania jest najczęściej laser emitujący promieniowanie o długości fali dopasowanej do linii absorpcji badanego gazu. W przypadku, gdy pomiędzy źródłem a fotoodbiornikiem pojawi się absorber, natężenie promieniowania docierającego do fotoodbiornika ulega osłabieniu. Na tej podstawie można wnioskować o rodzaju i koncentracji badanego absorbera.

Natężenie promieniowania rejestrowanego przed fotoodbiornik można określić za pomocą prawa Lamberta-Beera

$$I(\lambda, x) = I_0(\lambda) \exp\left[-x\sigma(\lambda)K\right]$$
(9.1.1)

gdzie  $I_o(\lambda)$  oznacza natężenie promieniowania emitowanego przez źródło przy danej długości fali  $\lambda$ , x jest drogą światła w absorberze, K oznacza koncentrację gazu, natomiast  $\sigma(\lambda)$  jest przekrojem czynnym na absorpcję.

Zależność przekroju czynnego na absorpcję od długości fali jest charakterystyczna dla danego gazu i można ją wyznaczyć w warunkach laboratoryjnych. Znając natężenie promieniowania emitowanego ze źródła, natężenie promieniowania odbieranego, przekrój czynny na absorpcję oraz odległość *x*, można obliczyć koncentrację gazu wg wzoru

$$K = \frac{1}{x\sigma(\lambda)} \ln \left[ \frac{I_0(\lambda)}{I(\lambda, x)} \right]$$
(9.1.2)

Istnieje wiele koncepcji i modeli czujników różniących się sposobem wykrywania i identyfikacji niebezpiecznych gazów, jednakże nie opracowano do tej pory przenośnego optoelektronicznego czujnika ditlenku azotu umożliwiającego bezpośredni i selektywny pomiar koncentracji na poziomie pojedynczych ppb.

Opracowanie takiego czujnika umożliwiła jedna z najmłodszych absorpcyjnych metod spektroskopowych, jaką jest metoda CEAS (ang. Cavity Enhanced Absorption Spctroscopy). Ze względu na podobieństwo do metody CRDS, jest ona również określana w języku polskim jako spektroskopia strat we wnęce optycznej. W metodzie tej stosuje się wnęki optyczne (rezonatory) o dużej dobroci, które zazwyczaj są zbudowane z dwóch wklęsłych zwierciadeł o bardzo dużym współczynniku odbicia R. Światło odbija się wielokrotnie między tymi zwierciadłami i dzięki temu osiąga się długie drogi optyczne, dochodzące nawet do kilkunastu kilometrów.

Impuls promieniowania optycznego wprowadzony do wnęki przez jedno ze zwierciadeł, ulega w jej wnętrzu wielokrotnemu odbiciu. Po każdym odbiciu niewielka część promieniowania opuszcza rezonator i jest rejestrowana przez fotodetektor. Sygnał na wyjściu fotodetektora jest więc proporcjonalny do natężenia promieniowania propagującego się wewnątrz wnęki optycznej. Natężenie to zanika w czasie wskutek strat w rezonatorze. Gdy wnękę wypełnia absorber (gaz), jej dobroć zmniejsza się na długości fali odpowiadającej jego linii absorpcyjnej. Można to wykryć stosując promieniowanie dostrojone do wspomnianej linii absorpcyjnej gazu. Obserwuje się zwiększenie strat i skrócenie czasu zaniku rejestrowanego promieniowania. Powala to zmierzyć współczynnik absorpcji i koncentrację badanego gazu.

W metodzie CEAS promieniowanie jest wprowadzane pod małym kątem w stosunku do osi optycznej wnęki (ang. off axis). Promieniowanie odbija się wewnątrz wnęki optycznej, podobnie jak wewnątrz komórki wieloprzejściowej (rys. 9.1.2). Dzięki temu otrzymuje się zysk w postaci gęstej struktury modów. Struktura ta jest I razy gęstsza niż w metodzie CRDS. Liczba I odpowiada liczbie przejść impulsu promieniowania przez rezonator, po której wiązka powróci do punktu wejścia. Niekiedy w uchwycie lustra wyjściowego stosuje się elementy piezoelektryczne, które poruszają tym zwierciadłem w celu uniemożliwienia ustalenia się stałej struktury modowej wewnątrz wnęki. Słaba struktura modowa wnęki rezonansowej powoduje, że cały układ posiada małą wrażliwość na niestabilność częstotliwości własnych wnęki oraz lasera. Dodatkową zaletą pozaosiowego wprowadzenia promieniowania do wnęki optycznej jest eliminacja sprzężenia zwrotnego z laserem. Ponadto dzięki temu, że szerokie widmo lasera obejmuje kilka modów wnęki, stała część mocy jest magazynowana we wnęce i układ charakteryzuje się małą wrażliwością na fluktuacje częstotliwości własnych wnęki. W związku z tym jest to metoda, która stwarza najlepsze warunki do opracowania przenośnego optoelektronicznego czujnika ditlenku azotu.



Rys. 9.1.2. Idea pracy metody CEAS.

W laboratoryjnych układach CEAS, w przypadku pomiaru koncentracji gazu NO<sub>2</sub> osiągano zazwyczaj czułości odpowiadające współczynnikowi absorpcji rzędu 10<sup>-8</sup> cm<sup>-1</sup>, czyli koncentracji ditlenku azotu wynoszącej około 1 ppb.

Jeżeli czas trwania impulsu laserowego jest zaniedbywalnie krótki i wzbudzony zostaje tylko główny mod poprzeczny wnęki, wówczas obserwuje się wykładniczy zanik natężenia promieniowania

$$I(t) = I_0 \exp\left(-\frac{t}{\tau}\right).$$
(9.1.3)

Wówczas, czas zaniku sygnału we wnęce ( $\tau$ ) zależy od współczynnika odbicia zwierciadeł R, strat dyfrakcyjnych oraz od ekstynkcji  $\alpha$ , czyli rozpraszania i absorpcji promieniowania zachodzących w gazie wypełniającym wnękę

$$\tau = \frac{L}{c(1 - R + \alpha L)},\tag{9.1.4}$$

gdzie L oznacza długość rezonatora, c - prędkość światła.

Wyznaczenie koncentracji badanego gazu przebiega dwuetapowo. Najpierw wykonywany jest pomiar czasu zaniku sygnału  $\tau_0$  we wnęce optycznej niezawierającej badanego gazu (rys. 9.1.3 – A), a następnie pomiar czasu zaniku sygnału  $\tau$  we wnęce wypełnionej badanym gazem (rys. 9.1.3 – B). Znając przekrój czynny na absorpcję o badanego gazu, jego koncentrację można obliczyć ze wzoru

$$K = \frac{1}{c\sigma} \left( \frac{1}{\tau} - \frac{1}{\tau_0} \right), \tag{9.1.5}$$

w którym

$$\tau_0 = \frac{L}{c(1-R)}$$
(9.1.6)

Na podstawie powyższych zależności można określić najmniejszą koncentrację cząsteczek badanego gazu, tzw. koncentracją graniczną K<sub>GR</sub>, przy której widoczna jest absorpcja

$$K_{GR} = \frac{1}{c \cdot \sigma \cdot \tau_0} \cdot \delta_{\tau} = \frac{(1-R)}{\sigma \cdot L} \cdot \delta_{\tau}$$
(9.1.7)

gdzie  $\delta_{\tau}$  jest względną niepewnością pomiaru czas zaniku sygnału we wnęce. Pomiędzy niepewnością  $\delta_{\tau}$  oraz czasem zaniku  $\tau_0$  zachodzi następująca zależność

$$\delta_{\tau} = \frac{\tau_0 - \tau_{GR}}{\tau_0} \cdot 100\%$$
(9.1.8)

w której  $\tau_{GR}$  oznacza czas zaniku sygnału we wnęce dla koncentracji granicznej.

Granica detekcji jest funkcją dwóch zmiennych: czasu zaniku dla wnęki pustej  $\tau_0$  oraz niepewności pomiaru czasu zaniku  $\delta_{\tau}$ . Czas zaniku  $\tau_0$ , zgodnie ze wzorem (9.1.6), zależy od długości rezonatora i współczynnika odbicia zwierciadeł. Im dłuższy jest ten czas, czyli im dłuższa efektywna droga absorpcji, tym większa jest czułość i mniejsze stężenia absorbera mogą być mierzone.



Rys. 9.1.3. Przykładowe sygnały na wyjściu wnęki optycznej bez absorbera A (czas zaniku  $\tau_0$ ) oraz na wyjściu wnęki wypełnionej absorberem B (czas zaniku  $\tau$ )

#### 9.1.2. Wybór pasma absorpcji ditlenku azotu

W opracowanym sensorze pomiar stężenia NO<sub>2</sub> polega na pomiarze zmian absorpcji promieniowania laserowego spowodowanej obecnością śladowych ilości wykrywanych substancji w atmosferze. Dlatego niezwykle ważna jest znajomość charakterystycznych widm absorpcji wykrywanych związków oraz odpowiedni dobór źródeł promieniowania sondującego. W tym celu przeprowadzono szczegółowe analizy widm absorpcyjnych ditlenku azotu. Dane do analiz zaczerpnięto z bazy danych udostępnionej na stronach internetowych United States Environmental Protection Agency EPA (www.epa.gov). Dane źródłowe charakteryzują widma absorpcji

poszczególnych substancji poprzez podanie wartości absorbancji w funkcji długości fali. W celu łatwego porównywania wartości bezwzględnych poszczególnych widm absorpcyjnych dokonano przeliczenia absorbancji na przekrój czynny na absorpcję.



Rys. 9.1.4. Przekrój czynny na absorpcję dla ditlenku azotu wraz z widmem emisji dopasowanego lasera

Jak wynika z rysunku 9.1.4 największy przekrój czynny na absorpcję dla ditlenku azotu jest zawarty w zakresie 400 ÷ 450 nm. W tym obszarze widma nie występują pasma absorpcyjne wprowadzane przez inne gazy czy pary występujące powszechnie w atmosferze. Zatem (wykluczając rozpraszanie wywołane przez dym lub aerozol, które łatwo jest usunąć za pomocą filtrów), można założyć, że zmiany amplitudy rejestrowanego sygnału są spowodowane zmianami koncentracji ditlenku azotu.

Bardzo dobrym źródłem promieniowania służącym do wykonywania pomiarów w tym zakresie widmowym, jest laser półprzewodnikowy opracowany w Instytucie Wysokich Ciśnień PAN a produkowany przez polską firmę TopGaN. Jego widmo emisji przedstawiono na rys. 9.1.4 kolorem niebieskim. Zatem do pomiaru zmian koncentracji ditlenku azotu należy wykorzystać wnękę rezonansową i źródło promieniowania przystosowane do pracy w paśmie długości fal w okolicy 400 nanometrów.

#### 9.1.3. Analiza parametrów elementów składowych sensora NO<sub>2</sub>

Głównymi elementami sensora są: źródło promieniowania (laser o pracy ciągłej lub impulsowy), modulator promieniowania optycznego, wnęka rezonansowa, system dozowania gazu, fotoodbiornik oraz cyfrowy układ przetwarzania sygnału. Parametry tych elementów są uzależnione od rodzaju badanego gazu oraz wymaganych parametrów eksploatacyjnych sensora.

#### a/ Źródło promieniowania

W spektroskopii strat we wnęce optycznej najczęściej stosuje się laserowe źródła promieniowania, gdyż charakteryzują się one dobrą kolimacją wiązki świetlnej i dużym natężeniem promieniowania. Długość fali promieniowania optycznego generowanego przez te źródła jest dopasowana do linii absorpcji badanego gazu.

W sensorze NO<sub>2</sub> zastosowano laserowe diody oparte o półprzewodnikowe związki III-IV firmy TopGaN. Są to przyrządy o emisji krawędziowej realizowane w schemacie SCH "Separate

Confinement Heterostructure". Rekombinacja nośników zachodzi w wąskim obszarze studni kwantowej (lub wielostudni), podczas gdy mod elektromagnetyczny jest zlokalizowany w szerszym falowodzie. Sprawność lasera wyniosła około 9.1 W/A.

Na rysunku 9.1.5 przedstawiono zmierzone charakterystyki mocy chwilowej impulsów promieniowania i charakterystyki widmowe. Emitują one promieniowanie w zakresie od 399,4 nm do 405,4 nm i od 416 nm do 421 nm. Wartość szczytowa mocy tych laserów mieści się w granicach od około 400 mW do ok. 800 mW (3 moduły P >= 400 mW i 3 moduły P >= 750 mW).

Zmierzona wartość mocy średniej jest na poziomie kilkuset µW i wynika bezpośrednio z małego współczynnika wypełnienia tych impulsów.



# Rys. 9.1.5. Charakterystyka mocy chwilowej impulsów poszczególnych laserów (a) i charakterystyki widmowe (b)

#### b/ Konstrukcja opto-mechaniczna czujnika

Konstrukcja opto-mechaniczna czujnika, wykorzystującego technikę CEAS, powinna spełniać szereg wymagań. Jego komora optyczna musi być bardzo stabilna i zapewniać zarówno długoczasowe jak i krótkoczasowe utrzymanie geometrii ustawienia zwierciadeł rezonatora. Konstrukcja ta składa się z komory optycznej, z zamontowanymi do jej powierzchni czołowych uchwytami zwierciadeł, oraz optycznej płyty montażowej. Do płyty przytwierdzono wszystkie elementy optyczne, za wyjątkiem zwierciadeł rezonatora, tzn. laser półprzewodnikowy, zwierciadła naprowadzające wiązkę światła, siatkę dyfrakcyjną służącą do eliminacji światła fluorescencji lasera, fotopowielacz i inne umieszczone w odpowiednich uchwytach (zazwyczaj pochodzących z firmy Standa).

Widok modułu wnęki optycznej czujnika NO<sub>2</sub> z pokazanymi otworami wlotu i wylotu gazu pokazano na rys. 9.1.6. Wszystkie jego elementy są wykonane ze stopów aluminium, skręcone śrubami i uszczelnione względem siebie za pomocą gumowych o-ringów.





Rys. 9.1.6. Widok modułu wnęki optycznej czujnika NO<sub>2</sub> z pokazanymi otworami wlotu i wylotu gazu.

Komora optyczna, w której propagują się wiązki świetlne, utworzona została w przestrzeni między korpusem i osłoną boczną. Badany gaz jest doprowadzany do wnęki optycznej czujnika, poprzecznie do kierunku propagacji wiązek światła, przez pokrywę górną i wyciągany przez otwory w korpusie. Między korpusem a pokrywą górną oraz pokrywą dolną znajdują się pojemniki filtrów. Są umieszczone w nich mikroporowate filtry papierowe, które eliminują z badanego gazu aerozol, zabezpieczając powierzchnie zwierciadeł przed zanieczyszczeniem. Przepływ gazu jest wymuszany przez wentylatory przytwierdzone do korpusu modułu wnęki czujnika od strony wylotu gazów. Zwierciadła wneki rezonansowej zostały przytwierdzone do wneki optycznej za pomocą odpowiednich uchwytów i przykręcone do powierzchni czołowych tego modułu za pośrednictwem tarcz. Taka konstrukcja zapewnia hermetyczność modułu wnęki. Dodatkowo uchwyty wyposażone są w śruby mikrometryczne, które umożliwiają regulację kąta pochylenia zwierciadeł przez zmianę nacisku na specjalny pierścień dociskowy zwierciadeł w zakresie około, ±3°. Daje to możliwość ustawienia zwierciadeł równolegle względem siebie z dużą dokładnością. W konstrukcji tej nie stosowano ogrzewania zwierciadeł w celu zabezpieczenia ich przed kondensacją pary wodnej. Największe współczynniki odbicia zapewniają wielowarstwowe zwierciadła dielektryczne. Zastosowano zwierciadła firmy Los Gatos Research o współczynnikach odbicia owartościach większych od 0,9999.

#### c/ System detekcyjny czujnika NO<sub>2</sub>

System detekcyjny czujnika składa się z toru analogowego i cyfrowego. Część analogową stanowi stopień wejściowy fotoodbiornika, składający się z fotopowielacza i niskoszumowego przedwzmacniacza sygnału oraz toru wyzwalania. W części cyfrowej znajduje się przetwornik A/C oraz komputer wraz z oprogramowaniem. Na rysunku 9.1.7 przedstawiono schemat blokowy układu elektronicznego opracowanego czujnika. Sygnał wyzwalania jest otrzymywany z wyjścia synchronizującego lasera lub z fotodiody lawinowej, która rejestruje promieniowanie odbite przez płytkę światłodzielącą. Jest on niezbędny do określenia początku okna czasowego, w którym następuje proces pobierania próbek cyfrowych z analogowego sygnału pomiarowego.

#### Sprawozdanie naukowe Instytutu Optoelektroniki WAT za lata 2010 – 2012





W stopniu wejściowym fotoodbiornika zastosowano fotopowielacz R7518 firmy Hamamatsu pracujący w układzie z ujemnym napięciem zasilania, w konfiguracji "typu A". Należy on do grupy fotopowielaczy typu side-on, z oknem na bocznej ścianie obudowy, charakteryzujących się bardzo dużym wzmocnieniem oraz małym poziomem szumów własnych.

Sygnał z fotopowielacza jest wzmacniany za pomocą optymalizowanego przedwzmacniacza transimpedancyjnego. Kolejnym stopniem układu elektronicznego jest dwukanałowa karta pomiarowa CS328-12 (Cleverscope). Umożliwia ona 12-bitowe przetwarzanie sygnału z szybkością wynoszącą 100 MS/s. Jej analogowe pasmo częstotliwościowe wynosi 120 MHz. Połączenie fotoodbiornika z komputerem zrealizowano za pomocą wygodnego dla użytkownika interfejsu USB 2.0, w który wyposażona jest zastosowana karta. Interfejs ten umożliwia transmisję danych z prędkością nawet 480 Mb/s. Głównym zadaniem zastosowanej karty jest przetworzenie sygnału analogowego z fotoodbiornika na postać cyfrową. Po przeprowadzeniu tej operacji dane cyfrowe podlegają dalszej obróbce, która obejmuje: uśrednianie liniowe, aproksymację, obliczenie koncentracji badanego gazu.

#### d/ Konstrukcja mechaniczna czujnika

Główne elementy czujnika tzn. moduł laserowy, komora optyczna czujnika, fotopowielacz, przedwzmacniacz sygnału oraz moduł wyciągu wraz z wentylatorami zostały zamontowane w metalowej obudowie. Obudowa zapewnia szczelne zamknięcie elementów optycznych czujnika, ich regulację i justowanie oraz pozwala na wyprowadzenie połączeń elektrycznych i ciśnieniowych. Dodatkowo wykonane zostały specjalne mocowania akumulatorów oraz karty sterowania. Wszystkie elementy zostały przymocowane do dna walizki transportowej. Jako element amortyzujący drgania zastosowano przekładkę ze sztywnej gąbki. Na rysunku 9.1.8 przedstawiono fotografię czujnika NO<sub>2</sub>.

Do prowadzenia pomiarów koncentracji NO<sub>2</sub> nie jest wymagane otwieranie walizki transportowej. Badany gaz wprowadza się do komory optycznej za pomocą teflonowej rurki o średnicy 6 mm podłączonej do króćca przymocowanego do ścianki bocznej walizki. Na ściance tej umieszczono również wodoszczelne gniazdo USB do podłączenia komputera, włącznik zasilania z sygnalizacją, włącznik wentylatorów zasysających badane powietrze oraz diody LED sygnalizujące rozładowanie akumulatorów.



#### Rys. 9.1.8. Fotografia wnętrza sensora NO<sub>2</sub>

#### e/ System transmisji danych pomiarowych z czujnika

Opracowanie systemu transmisji wynikało z potrzeby przesyłania danych pomiarowych z czujnika NO<sub>2</sub> do Centrum Analizy Danych Pomiarowych (CADP). Podstawowe kryteria, jakimi kierowano się przy doborze technologii tego systemu dotyczyły m.in.:

- wymaganego zasięgu transmisji,
- założonej prędkości transmisji danych,
- zapewnienia bezpieczeństwa transmisji danych,
- kompatybilności z urządzeniami innych producentów,
- poboru energii,
- gabarytów i masy urządzenia transmisyjnego.

Zważywszy na specyfikę realizowanego projektu zdecydowano się na zastosowanie systemu transmisji danych pomiarowych opartego na przesyłaniu informacji w postaci wiadomości SMS i użyciu metody, w której źródło danych cyklicznie przesyła aktualne dane do odbiorcy(ów). Transmisja danych, w zależności od aktualnej potrzeby, realizowana jest w dwojaki sposób. W pierwszym przypadku, czujnik  $NO_2$ , wysyła informacje pomiarowe do CADP. Transmisja danych realizowana jest cyklicznie z zadanym odstępem czasowym. Może być też wykonywana w danym momencie czasowym w przypadku wystąpienia niebezpiecznego zdarzenia. W drugim przypadku inicjatorem nawiązania transmisji jest CADP, które po połączeniu z konkretnym czujnikiem pobiera wymagane informacje. Tego rodzaju transmisja może być stosowana, gdy nie ma potrzeby szybkiego informowania np. o stanach alarmowych. Realizacja transmisji danych przebiega w następujący sposób. Najpierw czujnik dokonuje pomiaru stężenia  $NO_2$  w czasie kilkunastu sekund, a następnie po uzupełnieniu o informacje dotyczące jego położenia geograficznego i czasu pomiaru, wysyłany jest komplet danych do CADP. Układ nadawczy czujnika nawiązuje połączenie z numerem bramki SMS operatora GSM i wysyła pod ten numer komplet danych. Następnie operator przekazuje ww. dane pod numer modemu CADP. Układ nadawczo-odbiorczy systemu transmisji danych pomiarowych zrealizowano na bazie modemu NOKIA CS-10. Modem ten podłączono do portu USB komputera czujnika NO<sub>2</sub> wraz z aktywną kartą SIM wybranego operatora telefonii komórkowej. Analogiczny modem należy zainstalować w komputerze CADP.

Istotną zaletą systemu jest możliwość:

- definiowania haseł weryfikujących źródło otrzymywanych informacji,
- wysyłania danych pomiarowych pod wskazany numer abonenta (telefon komórkowy, modem),
- automatycznej rejestracji, wizualizacji i analizy danych pomiarowych,
- zastosowania dowolnych kart SIM, przez co zwiększa się dostępność obiegu informacji,
- rozszerzenia obszaru kontroli obszaru poprzez stworzenie całej sieci czujników zintegrowanych w jednym Centrum Analizy Danych Pomiarowych.

#### 9.1.4. Kalibracja czujnika NO<sub>2</sub>

Aby zapewnić poprawną pracę czujnika konieczne jest przeprowadzenie jego kalibracji, czyli określenie relacji między wartościami wskazań stężenia mierzonego gazu za pomocą badanego czujnika a wartościami stężenia gazu zadanymi z przyrządu wzorcowego, wraz z podaniem niepewności tego pomiaru.

Do kalibracji sensora NO<sub>2</sub> zastosowano generator gazu firmy Kin-Tek model 491M. Generator ten ma konstrukcję modułową, umożliwiająca przygotowanie mieszanin gazowych o precyzyjnie określonym stężeniu składników. Zasada działanie generatora wykorzystuje dynamiczne mieszanie przepływających strumieni gazów. Metoda ta polega na rozcieńczeniu gazu źródłowego poprzez zmieszanie go ze strumieniem gazu nośnego. Końcowe stężenie mieszaniny uzależnione jest od proporcji strumieni obu gazów.

W systemie tym, można uzyskać mieszaninę gazów o precyzyjnie określonym stężeniu składników, tzn. od poziomu ppt (ang. part per trillion) do stężenia początkowego 1:9. Generator umożliwia tworzenie zarówno suchych jak i zwilżonych (zawierających parę wodną) mieszanin, dostarczanych do odbiornika, pod ciśnieniem o regulowanej wartości: od ciśnienia atmosferycznego do ponad 275 kPa. Na rysunku 9.1.9 przedstawiono fotografię stanowiska do kalibracji sensora oraz widok jego okna aplikacji.



#### Rys. 9.1.9. Fotografia stanowiska do kalibracji sensora NO<sub>2</sub>

Zależność między stężeniem zmierzonym a wzorcowym przed kalibracją oraz po kalibracji czujnika NO<sub>2</sub> przedstawiono na rys. 9.1.10. Wyniki pomiarów zostały aproksymowane metodą najmniejszych kwadratów (regresja liniowa).



Rys. 9.1.10. Wykres zależności zmierzonego stężenia NO<sub>2</sub> (N<sub>cz</sub>) od stężenia wzorcowego (N<sub>s</sub>) przed, oraz po kalibracji czujnika NO<sub>2</sub>.

#### 9.1.5. Badania czujnika NO<sub>2</sub>

Badania optoelektronicznego czujnika przeznaczonego do wykrywania ditlenku azotu zostały przeprowadzone zarówno w warunkach laboratoryjnych jak i terenowych.

Przy pomocy opracowanego czujnika dokonano pomiarów stężenia ditlenku azotu. W trakcie badań zmierzono m.in. poziom stężenia ditlenku azotu w laboratorium badawczym ZSO IOE. Poziom "tła ditlenku azotu" w tym pomieszczeniu wyniósł około 5 ppb. Powietrze z badanym gazem zasysane było z całej objętości pokoju.



Rys. 9.1.11. Pomiar stężenia NO<sub>2</sub> wykonany w trakcie pracy silnika spalinowego.

Kolejne pomiary zostały wykonane w hali mechanicznej WAT. Prowadzone są tam prace związane między innymi z naprawą oraz konserwacją pojazdów mechanicznych, co wiąże się z emisją spalin, w skład których wchodzą także tlenki azotu. Pomiar koncentracji NO2 odbył się w pomieszczeniu zamkniętym o powierzchni około 1000 m<sup>2</sup>. Czujnik umieszczony został w bagażniku samochodu osobowego (rys. 9.1.11).

Najpierw określono tzw. "poziom tła" ditlenku azotu w ww. hali. Okazało się, że stężenie ditlenku azotu unormowało się na poziomie 34 ppb, a więc było wyższe niż w laboratorium badawczym. Przeprowadzony został również pomiar koncentracji emitowanych tlenków azotu w trakcie pracy silnika samochodu. Przy zbliżeniu sondy czujnika do rury wydechowej pojazdu z pracującym silnikiem nastąpił gwałtowny wzrost stężenia emisji NO<sub>2</sub> do ponad 700 ppb. Badania dotyczyły samochodu z silnikiem wysokoprężnym 1.9 TDI, wyposażonym w katalizator spalin.

Kolejny eksperyment miał na celu pomiar stężenia ditlenku azotu w powietrzu atmosferycznym w miejscach o zróżnicowanych "warunkach środowiskowych", czyli w pobliżu nieczynnego wysypiska śmieci (Warszawa - Bemowo), w lesie przy ulicy o małym natężeniu ruchu pojazdów mechanicznych oraz w lesie przy ulicy o znikomym natężeniu ruchu. Na rysunku 9.1.12 przedstawiono fotografię sensora w trakcie pomiaru NO<sub>2</sub> w pobliżu wysypiska śmieci.



Rys. 9.1.12. Fotografia sensora podczas pomiaru stężenia NO<sub>2</sub> w pobliżu wysypiska śmieci oraz wynik pomiaru stężenia NO<sub>2</sub>

Podczas pomiarów badane powietrze było pobierane do czujnika ze stałą prędkością przepływu 0.8 l/min. Układ pobierania powietrza został wyposażony w filtr cząstek stałych oraz pochłaniacz wilgoci mający na celu wyeliminowanie wpływu wilgotności powietrza atmosferycznego na wynik pomiarów. Pomiary NO<sub>2</sub> wykonano także w innych miejscach na terenie Warszawy. Jako substancję osuszającą zasysane powietrze, zastosowano nadchloran magnezu [Mg(ClO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>]. Był on umieszczony w filtrze. Czas pomiaru wynosił każdorazowo około 5 minut. Wyniki pomiarów przedstawiono w tab. 9.1.1. Po zakończeniu badań terenowych sprawdzono właściwości czujnika w laboratorium. Najważniejszym parametrem czujnika, decydującym o jego czułości i powtarzalności wyników, jest czas zaniku sygnału w przypadku wypełnienia komory sensora czystym gazem. Okazało się, że wartość tego czasu była na tym samym poziomie, co przed badaniami poza laboratorium. Transport opracowanego sensora i pomiary przeprowadzone w rożnych warunkach nie spowodowały zmiany jego parametrów. Nie nastąpiło rozjustowanie elementów optycznych czujnika.

Tabela. 9.1.1.	Wyniki pomiarów	stężenia NO <sub>2</sub>	zawartego w	atmosferze.
----------------	-----------------	--------------------------	-------------	-------------

Miejsce pomiaru	Stężenie NO <sub>2</sub> [ppb]	
Wysypisko śmieci	41,5	
Ulica o małym natężeniu ruchu pojazdów mechanicznych znajdująca się w lesie	26	
Ulica o znikomym natężeniu ruchu pojazdów mechanicznych znajdująca się w lesie	12	

W tabeli 9.1.2 przedstawiono parametry opracowanego czujnika ditlenku azotu.

Tab. 9.1.2. Parametry czujnika NO<sub>2</sub>

Czułość	Niepewność pomiaru	Czas pomiaru	Interfejs	Czujnik przenośny
1 ppb	10 %	10 s	USB	Tak

#### 9.1.6. Podsumowanie

Jak dotąd, na skalę przemysłową używane są powszechnie sensory ditlenku azotu wykorzystujące efekt chemiluminescencji. Również i wśród tych sensorów obserwuje się postęp i współcześnie ich próg czułości jest mniejszy niż pojedyncze ppb. Ich działanie jest jednak oparte na procesach chemicznych, co wiąże się z określonymi niedogodnościami. Sensory wykorzystujące SSWO, czy efekt foto-akustyczny, używające jako źródeł promieniowania diod laserowych lub elektroluminescencyjnych, są urządzeniami optoelektronicznymi, dzięki czemu charakteryzują się niewielkim zużyciem energii, małymi rozmiarami i wagą, i mogą pracować latami bez obsługi, w różnych warunkach klimatycznych. Ułatwia to ich wszechstronne użycie, również w warunkach polowych, jako sensorów przenośnych, czy też instalowanych w różnych pojazdach. Przeprowadzone ostatnio pomiary porównawcze pokazały znakomitą zgodność rezultatów otrzymywanych za pomocą różnych przyrządów, w tym także optoelektronicznych. Pojawiają się już pierwsze urządzenia komercyjne, o czułości rzędu pojedynczych ppb, choć nie są one jeszcze rozpowszechnione. Po usprawnieniu, konstrukcje te osiągają w laboratoriach czułości nawet 60 ppt. Nie jest to czułość rekordowa, raportowano nawet progi detekcji wynoszące 22 ppt w układach, w których z użyciem ozonu dokonywano chemicznej konwersji NO na NO2. Jednak tych wyników nie potwierdzono w warunkach polowych.

Można więc stwierdzić, że pomijając rekordowe osiągnięcia uzyskiwane w laboratoriach, w praktyce graniczna czułość pomiaru stężenia NO<sub>2</sub> za pomocą SSWO wynosi około jednego ppb. Jednym ze sposobów skutecznego zwiększenia tej czułości jest zatężanie, poprzez sorpcję ditlenku azotu z dużej objętości badanego powietrza do materiałów takich jak sita molekularne, a następnie przez dokonanie desorpcji do względnie małej objętości sensora.

Myślą, która towarzyszyła autorom pracy i wykonawcom opisanych prac badawczych było skonstruowanie optoelektronicznego czujnika wykrywającego jednocześnie różne tlenki azotu. O ile dla NO<sub>2</sub> prace te można było podjąć w roku 2005, gdy osiągalne były niebieskie diody laserowe, dla N<sub>2</sub>O i NO, których detekcja wymaga użycia źródeł generujących w podczerwieni (patrz, dalszą część opracowania), tego rodzaju lasery półprzewodnikowe (typu QCL) stały się komercyjnie dostępne dopiero w roku 2010. Prace nad czujnikami podtlenku azotu i tlenku azotu były i nadal są prowadzone w Zespole Detekcji Sygnałów Optycznych.

Podsumowując, przytoczyć można opinię, coraz częściej spotykaną w literaturze: dzięki rozwojowi optoelektroniki i spektroskopii laserowej optyczne sensory gazów stanowią praktyczną alternatywę dla sensorów opartych na chemiluminescencji.

#### 9.2. Optoelektroniczne sensory materiałów wybuchowych

W Zespole Detekcji Sygnałów Optycznych IOE-WAT we współpracy z Instytutem Fizyki Doświadczalnej UW i firmą Vigo SYSTEM S.A. opracowano model laboratoryjny optoelektronicznego sensora tlenku i tlenku diazotu, który umożliwia wykrywanie śladowych ilości materiałów wybuchowych (MW) w postaci par (ang. detection of trace explosives). Idea pracy opracowanego czujnika polega na zastosowaniu jednej z najczulszych metod spektroskopii strat we wnęce optycznej - metody CEAS (ang. cavity enhanced absorption spectroscopy). Jest to metoda, w której wykorzystuje się zjawisko magazynowania światła we wnęce optycznej. Wykrycie danego gazu polega między innymi na analizie czasu zaniku natężenia promieniowania we wnęce optycznej. Zaletą tej metody jest bardzo duża czułość pomiaru współczynnika absorpcji (10<sup>-8</sup>-10<sup>-12</sup>m<sup>-1</sup>) oraz niezależność wyniku pomiaru od fluktuacji natężenia impulsu laserowego.

Idea pracy tej metody została opisana w poprzednim rozdziale, zatem nie będziemy omawiali jej teraz. Omówione zostaną główne podzespoły tego sensora, oraz przedstawione wyniki badań.

Tego typu czujniki nie są jeszcze dostępne komercyjnie. Opracowany sensor może stanowić skuteczne narzędzie w ochronie ważnych obiektów np. budynków, pojazdów, kontenerów. Dzięki analizie składu powietrza w szybach wentylacyjnych budynków, w systemach nawiewu w samolotach, pojazdach itp. istnieje możliwość zapobiegania celowemu wprowadzeniu niebezpiecznych substancji (materiałów wybuchowych - MW lub ich komponentów).

W wyniku realizacji tej pracy zaprojektowano, wykonano i przebadano dwa kanały optoelektronicznego czujnika służącego do detekcji śladowych ilości tlenku azotu oraz tlenku diazotu. Jego czułość jest wystarczająca do wykrywania śladowych ilości materiałów wybuchowych. Potwierdziły to przeprowadzone badania, w których zastosowano 1 ng próbki popularnie stosowanych MW jak TNT, PETN, RDX i HMX.

#### 9.2.1. Wybór widm absorpcyjnych tlenku i tlenku diazotu

Niezwykle ważnym zagadnieniem jest wybór widm absorpcyjnych tlenku i tlenku diazotu, pod kątem doboru parametrów źródeł promieniowania, wnęki optycznej oraz fotoodbiornika. Ich wybór ma istotny wpływ nie tylko na czułość opracowanego sensora ale również na jego budowę.

Wykrywanie cząsteczek NO i N<sub>2</sub>O może być wykonywane dla przejść elektronowych oraz wibracyjno-rotacyjnych. Jednak przejścia elektronowe odpowiadają ultrafioletowemu zakresowi widmowemu, gdzie nie ma dostępnych ani odpowiednich źródeł laserowych, ani zwierciadeł charakteryzujących się dużym współczynnikiem odbicia.



Rys. 9.2.1. Wykrywalna koncentracja graniczna w funkcji współczynnika odbicia zwierciadeł w zakresie UV (a) oraz w podczerwieni (b)

Na przykład, współczynnik odbicia dostępnych zwierciadeł nie przekracza 90%. Dlatego też, większe czułości sensora NO i N<sub>2</sub>O można uzyskać wykorzystując linie absorpcyjne występujące w podczerwieni (rys. 9.2.1).

Analizę widm absorpcyjnych tlenku diazotu (N<sub>2</sub>O) i tlenku azotu (NO), w zakresie średniej podczerwieni, przeprowadzono w programie Hitran-PC 4.0, korzystając z najnowszej bazy danych (wersja 2008). Z przeprowadzonych analiz wynika, że duże wartości współczynników absorpcji N<sub>2</sub>O występują w zakresie od 4,45µm do 4,65µm (rys. 9.2.2). Jednak w tym przedziale długości fal występują także niekorzystne interferencje z widmami absorpcyjnymi dwutlenku węgla (CO<sub>2</sub>) oraz wody (H<sub>2</sub>O). W temperaturze 300 K i ciśnieniu 1 atm., stężenie CO<sub>2</sub> wynosi 330 ppmv, H<sub>2</sub>O – 773 ppmv, N<sub>2</sub>O – 0,32 ppmv.

Aby uniknąć niekorzystnego wpływu CO2, przy doborze długości fali promieniowania dostępnego komercyjnie lasera QCL, należy rozpatrzyć zakres 4,50 μm do 4,57 μm (rys. 9.2.2). W tym regionie występuje tylko kilka linii absorpcyjnych wody.





Na rysunku 9.2.3 przedstawiono widma absorpcyjne NO i H<sub>2</sub>O. Z punktu widzenia wykrywania NO najkorzystniejsze długości fali to: 5,262 μm oraz 5,263 μm. Zgodnie ze wspomnianym wyżej standardem, stężenie NO w atmosferze wynosi jedynie 0,3 ppbv (przy: 300 K, 1 atm.). Dlatego też, tlenek azotu może być bardzo dobrym markerem obecności materiałów wybuchowych.

Na podstawie przeprowadzonych analiz widm absorpcyjnych tlenku azotu oraz tlenku diazotu, wyselekcjonowano zakresy długości fal, w których nie zachodzą lub zachodzą w minimalnym stopniu interferencje z widmami absorpcyjnymi innymi gazów (np. CO, H<sub>2</sub>O) (rys. 9.2.2 i 9.2.3).



Rys. 9.2.3. Wyselekcjonowany zakres widma absorpcji NO.

Analiza wykazała, że przekroje czynne na absorpcję tych gazów przyjmują największe wartości w przedziale:  $5,261 - 5,264 \mu m$  dla NO oraz  $4,523 - 4,531 \mu m$  dla N<sub>2</sub>O. Z analiz przeprowadzonych przez autorów wynika, że poprzez dokładne dostrojenie długości fali laserów możliwe jest osiągnięcie przekrojów o wartościach 0,7 x10<sup>-18</sup> cm<sup>2</sup> dla tlenku azotu oraz 4x10<sup>-18</sup> cm<sup>2</sup> dla tlenku diazotu.

### 9.2.2. Analiza wpływu wybranych czynników na czułość sensorów NO i N<sub>2</sub>O

Wykonano obliczenia dotyczące czułości sensorów tlenku i tlenku diazotu. Na rysunku 9.2.4 przedstawiono wyniki tych obliczeń. Wynika z nich, że czułość w obu przypadkach może osiągnąć wartości na poziomie ppb.



Rys. 9.2.4. Zależność koncentracji granicznej KGR czujnika tlenku azotu (a) i tlenku diazotu (b) od długości wnęki optycznej L , współczynnika odbicia zwierciadeł R, oraz niepewności pomiaru (przyjęto:  $\sigma = 0.7 \cdot 10^{-18}$  cm<sup>2</sup> dla NO i  $\sigma = 4 \cdot 10^{-18}$  cm<sup>2</sup> dla N<sub>2</sub>O ).

Wykonane obliczenia potwierdzają duży wpływ na czułość sensorów parametrów takich jak współczynnik odbicia zwierciadeł, odległość między nimi, niepewność pomiaru czasu zaniku promieniowania we wnęce oraz przekrój czynny na absorpcję. Przykładowo, uzyskanie czułości sensora tlenku azotu wynoszącej ok. 60 ppb będzie możliwe jeśli zastosuje się wnękę optyczną zbudowaną ze zwierciadeł o współczynnikach odbicia 99,8 %, odległość między nimi będzie wynosiła 0,5 m, zapewniona będzie niepewność pomiaru czasu równa 2,5 % oraz takie dostrojenie długości fali promieniowania lasera przy której wartość przekroju czynnego na absorpcję jest maksymalna. W czujniku tlenku diazotu istnieje możliwość uzyskania większej czułości, ze względu na większe wartości przekroju czynnego na absorpcję. Przyjmując te same wartości parametrów co poprzednio teoretyczna czułość czujnika N<sub>2</sub>O osiąga wartość ok. 10 ppb.

#### 9.2.3. Analiza wyboru laserów kaskadowych do pasm NO i N<sub>2</sub>O

Na podstawie analizy widm absorpcyjnych, dla tlenku azotu NO, wytypowany został zakres długości fal 5,261 – 5,264 µm. Spośród komercyjnie dostępnych laserów wymagania spełniały jedynie lasery firmy Alpes Lasers SA. W analizie kierowano się możliwością osiągnięcia największej czułości sensora. Zatem kryterium wyboru lasera obejmowało: dobór długości fali dopasowanej do pasma absorpcji NO oraz jej stabilność, maksymalną moc promieniowania dla wybranej długości fali oraz temperaturę, dla której jest uzyskiwana.

Na rysunku 9.2.5 przedstawiono linie widmowe tych laserów, które naniesiono na charakterystykę przekroju czynnego na absorbcję, dla NO i jego interferentów. Przyjęto zakres promieniowania od 5260 nm do 5264 nm.

Głównym parametrem branym od uwagę, poza długością fali, była moc jaką dany laser emituje. Największymi mocami charakteryzują się lasery o pracy ciągłej. Na podstawie analizy danych katalogowych wybrane zostały trzy modele laserów QCL (#sbcw404, #sbcw1517, #sbcw1538).

Na rysunku 9.2.6 przedstawiono linie absorpcyjne związków N<sub>2</sub>O, CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O wraz z naniesionymi punktami odpowiadającymi maksymalnej względnej mocy laserów QCL.



Rys. 9.2.5. Przekrój czynny na absorpcję dla NO i interferentów wraz z liniami widmowymi laserów QCL.



Rys. 9.2.6. Linie absorpcyjne związków N<sub>2</sub>O, CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O wraz z naniesionymi punktami odpowiadającymi maksymalnej względnej mocy laserów. P<sub>max</sub>(100) = 22 mW.

Z powyższych rysunków wynika, że w wybranych zakresach długości fal (odpowiadających pasmom maksymalnej absorpcji NO i N<sub>2</sub>O) istnieje możliwość zastosowania w roli źródeł promieniowania kwantowych laserów kaskadowych. Bardzo ważną cechą tych laserów jest możliwość przestrajania, w pewnym zakresie długości fali emitowanego promieniowania, co pozwala precyzyjnie dopasować ich widma emisji do widm absorpcji badanych związków. Ponadto szerokie

pasma absorpcji badanych związków, w porównaniu z widmem emisji laserów, ułatwiają dobór odpowiedniej struktury lasera.

Żeby precyzyjnie dopasować się do linii absorpcyjnej badanego gazu, firma Alpes Lasers SA wykonała, dwa jednomodowe kwantowe lasery kaskadowe typu DFG o pracy ciągłej. Ich charakterystyki widmowe przedstawiono na rys. 9.2.7.

Do zapewnienia stabilnej pracy laserów niezbędna jest kontrola i stabilizacja ich temperatury oraz napięcia i prądu zasilania. Ponadto lasery te w opracowywanym sensorze pracowały w trybie impulsowym, przez modulację prądu zasilania. Dlatego niezbędne jest zastosowanie generatora o dużej stabilności częstotliwości repetycji i czasu trwania impulsów, ponieważ od tych parametrów zależy tzw. cykl pracy lasera (DC, ang. duty cycle). Parametr ten ma także istotny wpływ na stabilność długości fali promieniowania emitowanego przez laser typu QC. Parametry laserów zastosowanych w czujniku przedstawiono w tab. 9.2.9.



Rys. 9.2.7. Zmierzone charakterystyki widmowe laserów do czujnika tlenku azotu (a) i tlenku diazotu (b).

Tabela 9.2.1. Optymalne warunki pracy laserów do czujnika N<sub>2</sub>O oraz NO.

Lp.	Parametr	Laser do czujnika N₂O	Laser do czujnika NO
1	Długość fali	4,52973 μm	5,26270 μm
2	Moc (przy t <sub>i</sub> =400 μs)	13 mW	13 mW
3	Napięcie zasilania	10,160 V	10,452 V
4	Prąd średni (przy t <sub>i</sub> =400 μs)	0,116 A	0,095 A
5	Temperatura lasera	-13°C	2,8°C
7	Częstotliwość repetycji	1 kHz	1 kHz
8	Średnica wiązki	3 mm	3 mm
9	Rozbieżność	< 3 mrad	< 3 mrad

#### 9.2.4. Układ opto-mechaniczny sensora

Do konstrukcji wnęk optycznych niezbędne były następujące elementy mechaniczne: odpowiedniej długości rury wyposażone w specjalne kołnierze do mocowania zwierciadeł, zawory z króćcami do podłączenia wlotu i wylotu gazu, uchwyty na zwierciadła wyposażone w trzy śruby mikrometryczne do odpowiedniego pozycjonowania zwierciadeł oraz uchwyty do montażu wnęki do ławy optycznej (rys. 9.2.8).



Rys. 9.2.8. Fotografia wnęki optycznej z zamontowanymi zwierciadłami.

Elementy te zakupiono w specjalistycznej firmie zajmującej się produkcją komponentów do spektroskopii strat we wnęce optycznej (Los Gatos Research, USA). Wszystkie części mechaniczne wnęki wykonano ze stali kwasoodpornej. Do uszczelnienia połączeń pomiędzy poszczególnymi elementami zastosowano uszczelki gumowe. We wnęce zastosowano zwierciadła tego samego producenta. Posiadają one współczynniki odbicia rzędu 99,98 %. Opracowane wnęki optyczne spełniają warunek stabilności, charakteryzują się dużą dobrocią (rzędu 10<sup>9</sup>), dużym stosunkiem mocy sygnału do mocy szumów (ponad 0,8×10<sup>7</sup>) oraz długim czasem życia fotonu, ponad 30 μs.

W obu torach optycznych zastosowano siatki dyfrakcyjne typu 20RG150-6000-2 (Newport), diafragmy o średnicach otworów 1 mm, zwierciadła typu 10Z40ER.4 (Newport) oraz soczewki (typu CAPX11, Newport) do odpowiedniego sprzężenia wyjść wnęk optycznych i modułów detekcyjnych. Następnym elementem w obu torach układu optycznego były diafragmy typu 5ZYPS (Standa). Zaletą tego typu diafragm jest możliwość zmiany położenia otworu w kierunku pionowym i poziomym za pomocą wbudowanych pokręteł. Ostatnim elementem umożliwiającym wprowadzenie promieniowania laserowego do wnęki jest zwierciadło. W obu torach zastosowano zwierciadła pokryte złotem firmy Newport typu 10Z40ER.4. Charakteryzują się one współczynnikiem odbicia większym niż 96 % w zakresie od 1,7 do 20 µm. Badania układu opto-mechanicznego przeprowadzono na stanowisku, którego fotografię przedstawiono na rys. 9.2.9.



Rys. 9.2.9. Fotografia stanowiska pomiarowego. *str. 343* 

We wstępnym etapie badań jako źródło promieniowania zastosowano system laserowy PG711/DFG firmy Ekspla. Do pomiarów sygnału na wyjściu wnęki optycznej zastosowano moduł detekcyjny firmy VIGO System S.A. oraz oscyloskop Tektronix DPO 4104. Badania polegały na pomiarze czasów zaniku promieniowania optycznego we wnęce wypełnionej gazem obojętnym N<sub>2</sub> ( $\tau_0$ ) dla długości fal z zakresu od 4,519 µm do 4,530 µm (wyselekcjonowane widmo absorpcyjne N<sub>2</sub>O) i 5,22 µm do 5,29 µm (wyselekcjonowane widmo absorpcyjne NO). Wyniki pomiarów przedstawiono na rys. 9.2.10. Średni czas zaniku promieniowania we wnęce niewypełnionej absorberem ( $\tau_{0\text{sr}}$ ) w zakresie widma absorpcyjnego tlenku diazotu był równy 2,05 µs, natomiast w zakresie widma absorpcyjnego tlenku azotu 11,07 µs.



Rys. 9.2.10. Czasy zaniku promieniowania w zakresie 4,519 – 4,530 μm oraz 5,22 – 5,29 μm.

Następnie przeprowadzono pomiary czasu zaniku promieniowania dla wnęki wypełnionej badanymi gazami. Dla wnęki wypełnionej N<sub>2</sub>O o koncentracji 10 ppm zaobserwowano prawie 10krotne skrócenie czasu zaniku promieniowania. Natomiast dla wnęki wypełnionej NO o stężeniu 10 ppm zaobserwowano również skrócenie czasu zaniku promieniowania, jednak o mniejszą wartość, wynoszącą ok. 30 %. Wynika to z gorszego dopasowania szerokości widma promieniowania laserowego do linii absorpcji tlenku azotu.

Badania potwierdziły możliwość zastosowania spektroskopii strat we wnęce optycznej do wykrywania tlenku i tlenku diazotu. Wynika to z faktu, iż dla analizowanego zakresu długości fal obserwowany jest znaczny spadek czasu zaniku w sytuacji, gdy we wnęce optycznej pojawiają się wspomniane gazy. Jednakże istotnym elementem mającym wpływ na czułość pomiaru jest charakterystyka źródła promieniowania co jest związane z wartością efektywnego (średniego) przekroju czynnego na absorpcję. Zależy on istotnie od szerokości charakterystyki widmowej zastosowanego lasera i jej dopasowania do linii absorpcji badanego gazu. Poprawę wyników można uzyskać poprzez zastosowanie jednomodowych laserów (o jak najmniejszym FWHM), generujących promieniowanie o długościach fali dopasowanych do maksymalnych wartości przekrojów czynnych na absorpcję NO i N<sub>2</sub>O.

#### 9.2.5. Projekt sensora do wykrywania NO i N<sub>2</sub>O

Na rysunku 9.2.11. przedstawiono schemat blokowy czujnika. Czujnik ten składa się z układu pobierania próbek, dwóch torów pomiarowych, układu kontroli i sterowania pracą laserów, oraz układu przetwarzania sygnału. W skład tego układu wchodzą: generator impulsowy typu DG645 (Stanford Research Systems), precyzyjnie stabilizowane zasilacze typu E3634A (Agilent), sterowniki chłodziarek termoelektrycznych typu TCU151 oraz sterowniki laserów typu LDD400 firmy Alpes Lasers SA. Pozostałe układy czujnika omówiono w poprzednich rozdziałach niniejszego opracowania. Przeprowadzone badania wykazały, że moc zakupionych laserów jest niewystarczająca do osiągnięcia korzystnego stosunku mocy sygnału do mocy szumu na wyjściu wnęki optycznej. Dlatego było konieczne zastosowanie we wnękach optycznych zwierciadeł o mniejszym współczynniku odbicia firmy VIGO SL. Średni współczynnik odbicia zwierciadeł  $R_{ef}$  wyniósł odpowiednio (99,52 ± 0,01) % dla 5,26 µm oraz (99,29 ± 0,05) % dla 4,53 µm.





Dla wnęki ze zwierciadłami firmy VIGO SL wartość średnia czasu zaniku sygnału  $\tau_0$  wyniosła (0,348 ± 0,005) µs w torze do pomiaru NO oraz (0,234 ± 0,008) µs w torze do pomiaru N<sub>2</sub>O. Zatem zgodnie z przeprowadzoną analizą można stwierdzić, że osiągnięto następujące czułości i niepewności pomiaru koncentracji: (74 ± 2) ppb dla kanału NO oraz (47± 3) ppb dla kanału N<sub>2</sub>O. Układy przetwarzania sygnału do obu czujników zostały wykonane w sposób analogiczny jak dla sensora ditlenku azotu.

#### 9.2.6. Układ pobierania próbek

Z przeprowadzonych analiz wynika, że w zakresie długości fal, w którym istnieje możliwość wykrywania tlenku azotu i tlenku diazotu występują także interferencje z liniami absorpcyjnymi cząsteczek wody (H<sub>2</sub>O). Na podstawie bazy danych Hitran 2008 przeprowadzono analizę wpływu cząsteczek H<sub>2</sub>O na koncentrację graniczną N<sub>2</sub>O (czułość sensora). Obliczenia przeprowadzono dla promieniowania o długości fali 4,5239 µm, drogi optycznej L=1000 m i temperatury T=296 K. Na rysunku 9.2.12 przedstawiono wyniki obliczeń. W analizach przyjęto, że pomiar koncentracji tlenku

diazotu będzie możliwy wówczas, gdy iloraz współczynnika absorpcji N<sub>2</sub>O –  $\alpha_{N2O}$  i współczynnika absorpcji cząsteczek wody –  $\alpha_{H2O}$  będzie większy od jedności. Z analiz wynika, że w powietrzu atmosferycznym o wilgotności RH=40% (ok 40000 ppm) istnieje możliwość wykrycia tlenku diazotu o koncentracji nie mniejszej niż 100 ppb. Zakładając brak wpływu widm absorpcyjnych innych gazów, można przyjąć, że stosunek mocy sygnału do mocy szumów sensora N<sub>2</sub>O wynosi:

$$S/_{N} = \frac{S_{det}}{N_{det}} \cdot \frac{\alpha_{N_2O}}{\alpha_{H_2O}},\tag{9.2.1}$$

gdzie  $S_{det}/N_{det}$  oznacza stosunek mocy sygnału do mocy szumów toru optycznego, fotoodbiornika i układu przetwarzania sensora.



Rys. 9.2.12. Zależność stosunku współczynnika absorpcji N<sub>2</sub>O i H<sub>2</sub>O dla  $\lambda$ =4,5239 µm w zależności od koncentracji H<sub>2</sub>O dla różnych wartości stężeń N<sub>2</sub>O



Rys. 9.2.13. Zależność stosunku współczynnika absorpcji NO i H<sub>2</sub>O dla  $\lambda$ =5,263 µm w zależności od koncentracji H<sub>2</sub>O dla różnych wartości stężeń NO.

Na podstawie analizy widma absorpcji tlenku azotu oraz parametrów urządzeń dostępnych na rynku stwierdzono, że w sensorze NO najkorzystniej jest zastosować laser generujący promieniowanie o długości fali 5,2631 µm. Jak wynika z wcześniej przeprowadzonej analizy, pomiar

absorpcji NO może być utrudniony ze względu na znaczące interferencje z widmem absorpcji H<sub>2</sub>O. Efekt ten można minimalizować przez zmniejszenie ilości cząsteczek wody w badanej próbce.

Na rysunku 9.2.13 przedstawiono stosunek współczynnika absorpcji tlenku azotu  $\alpha_{NO}$  i współczynnika absorpcji wody  $\alpha_{H2O}$  dla promieniowania optycznego o długości fali  $\lambda$ =5,263 µm w zależności od koncentracji H<sub>2</sub>O oraz NO.

W przypadku, gdy koncentracja wody jest mniejsza niż 1000 ppm możliwe jest wykrywanie tlenku azotu o koncentracji rzędu dziesiątek ppb. W związku z tym, próbka gazowa pobrana z atmosfery powinna zostać osuszona przed wykonaniem pomiaru.

Schemat blokowy systemu do wykrywania tlenków azotu z układami osuszającymi oraz układem zatężania i termicznej dekompozycji przedstawiono na rys 9.2.14.





Pobieranie próbek gazu i dostarczanie ich do sensora jest procesem w pełni zautomatyzowanym dzięki zastosowaniu elektrozaworów (EZ) sterowanych za pomocą układu kontrolno-sterującego. W celu minimalizacji wpływu aerozoli na działanie sensora wymagane było zastosowanie filtru cząstek stałych, których średnica jest większa niż 0,1 μm. Zastosowano zatem filtr koalescencyjny o wydajności 99,9 % z możliwością filtracji aerozoli atmosferycznych. Z filtru cząstek stałych badane próbki są przesyłane do pierwszego stopnia osuszacza nafionowego a następnie do układu zatężania i dekompozycji. Po odpowiednim przygotowaniu próbki gazowej w układzie zatężania i dekompozycji jest ona kierowana poprzez drugi stopień osuszania do sensora NO i N<sub>2</sub>O.

Algorytm działania systemu do wykrywania par MW został przedstawiony na rys. 9.2.15. Powietrze znad analizowanego obiektu zostaje pobrane, oczyszczone, osuszone a następnie przesłane do kolejnego stopnia układu, gdzie następuje zatężanie par materiałów wybuchowych. Podczas procesu zatężania cząsteczki MW zawarte w pewnej objętości badanego powietrza przepływającego przez materiał adsorbujący są w nim zatrzymywane. Ilość zaadsorbowanych cząsteczek MW zależy od parametrów adsorbera (w danych warunkach), objętości pobranego powietrza oraz od koncentracji zawartych w nim par MW.



Rys. 9.2.15. Algorytm działania układu do zatężania i dekompozycji par MW.

Następnie adsorber jest ogrzewany do temperatury, w której zachodzi proces termicznej dekompozycji cząsteczek MW. W efekcie uzyskuje się tlenki azotu (np. NO, NO<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>O), których koncentracja jest wystarczająca do wykrycia za pomocą opracowanych sensorów oraz innych analizatorów NO<sub>x</sub>. Głównym elementem układu zatężania jest substancja umożliwiająca wiązanie cząsteczek materiałów wybuchowych. W celu ich desorpcji zastosowany został specjalny układ grzewczy. Aby poprawić czułość opracowanego sensora do wykrywania par MW, poza układem pobierania próbek oraz układem zatężania, należało zastosować dodatkowo układ termicznej dekompozycji. Dzięki dobraniu odpowiedniego materiału sorbującego oraz zaprojektowaniu specjalnego układu grzejnego otrzymano kompaktowe urządzenie realizujące dwie funkcje: zatężanie par MW oraz ich termiczną dekompozycję (rozkład). Układ taki zwany jest dalej prekoncentratorem. Schemat blokowy układu do wykrywania par MW został przedstawiony na rys. 9.2.16.



Rys. 9.2.16. Schemat blokowy układu do wykrywania śladowych ilości par materiałów wybuchowych.

W ramach prowadzonych prac, przy współpracy z Instytutem Elektroenergetyki PW, opracowany został układ przeznaczony do zatężania i termicznej dekompozycji par materiałów wybuchowych. W skład układu zatężania wraz z układem termicznej dekompozycji wchodzą następujące elementy: wkład stalowy bądź szklany, materiał sorbujący, generator indukcyjny, mikroprocesorowy układu pomiarowo-sterujący modułem grzejnym, układ zasilania w postaci dwóch akumulatorów 12V, 7Ah. Fotografia systemu przedstawiona została na rys. 9.2.17.



Rys. 9.2.17. Fotografia układu zatężania i termicznej dekompozycji.

Układ dekompozycji wykonano w postaci nagrzewnicy indukcyjnej umożliwiającej nagrzewanie analitycznych próbek materiałów wsadowych w zakresie temperatur 150 – 500°C, w czasie około 40 sekund.

Na rysunku 9.2.18 przedstawiono przykładową charakterystykę, zależności zmian temperatury w funkcji czasu, dla różnych wartości ustawianej temperatury grzania.







Niezwykle ważnym elementem tego układu jest rodzaj materiału sorbującego. Aby układ mógł spełniać obie te funkcje, materiał taki musi się charakteryzować odpowiednim składem chemicznym i fazowym, powierzchnią właściwą, porowatością oraz grubością złoża. Parametry te są istotne z punktu widzenia układu zatężania. Jednakże dla układu termicznej dekompozycji istotna jest ponadto, temperatura destrukcji danego złoża sorbującego.

Podczas badań, w zastosowanym układzie prekoncentratora jako złoże sorbujące wykorzystywano tlenek ceru, Tenax oraz Carboxen 1000. Pierwsze pomiary zostały wykonane dla próbek TNT o koncentracji 50ng/ml oraz 0,5ng/ml. W obu wypadkach uzyskano blisko 20-krotny wzrost koncentracji tlenków azotu. Ponadto otrzymane wyniki wykazały, iż temperatura przy której zachodzi znaczący przyrost koncentracji tlenków azotu spowodowany termicznym rozkładem par MW wynosi 150°C. Przykładowe wyniki kolejnych pomiarów, z wykorzystaniem próbek zwierających po 1 ng materiałów wybuchowych takich jak TNT, PETN, RDX oraz HMX przedstawiono na rys. 9.2.19.





Układ pobierania próbek został zaprojektowany w taki sposób aby cały proces pobierania próbki gazowej znad materiału wybuchowego i dostarczenie jej do toru detekcyjnego sensora mógł odbywać się automatycznie. W ten sposób ograniczono konieczność obsługi systemu jedynie do kierowania głowicy pobierczej nad analizowany obiekt.

#### 9.2.7. Podsumowanie

W wyniku realizacji pracy opracowano laboratoryjny system umożliwiający wykrywanie tlenku azotu (I) i tlenku diazotu (II) oraz materiałów wybuchowych. Zaprojektowano, wykonano i przebadano zautomatyzowany system pobierania próbek gazowych z atmosfery umożliwiający pracę czujnika par MW w warunkach zapylenia oraz wilgotności do 97 %, automatyczne dostarczanie tych próbek do dwóch kanałów czujnika, automatyczne ich czyszczenie i kalibrację. Na podstawie analizy osiągnięć światowych, opracowano unikatowy, niespotykany w doniesieniach literaturowych prekoncentrator do zatężania i termicznej dekompozycji par materiałów wybuchowych. Dzięki temu urządzeniu możliwe było wykrywanie materiałów wybuchowych charakteryzujących się bardzo niską prężnością par, np. HMX. Opracowano unikatowy na skalę światową dwukanałowy optoelektroniczny czujnik, do wykrywania i pomiaru koncentracji tlenku azotu i tlenku diazotu działający w zakresie średniej podczerwieni, w którym zastosowano spektroskopię strat we wnęce optycznej. W urządzeniu tym zastosowano najnowsze osiągnięcia z dziedziny technologii laserów oraz fotodetektorów. Kwantowe lasery kaskadowe (QCL) wykonane zostały na specjalne zamówienie przez szwajcarską firmę Alpes Lasers S.A. Moduły detekcyjne opracowane zostały przez światowego lidera w zakresie niechłodzonych modułów detekcyjnych – polską firmę VIGO System S.A. W tabeli 9.2.2. przedstawiono osiągnięte parametry opracowanego dwukanałowego czujnika do wykrywania i pomiaru koncentracji NO i N<sub>2</sub>O emitowanych z par MW.

Parametr	Wartość		
Czułość	(74 ± 2) ppb dla kanału NO		
Czułość	(47± 3) ppb dla kanału N <sub>2</sub> O		
Zbadany zakres pomiarowy	0,1-10ppm (w obu kanałach)		
Względna niepewność pomiaru	≤ 13 %		
koncentracji			
Czułość na MW (TNT, PETN, RDX, HMX)	≤1ng		
Czas wykonywania pomiaru	≤ 30 s		
(dla przepływu 2 l/min)			
Czas potrzebny na uruchomienie	ok. 5 min		
czujnika			
Interfejsy	USB		
Oprogramowanie	Wersja instalacyjna dla Win XP, Win 7		
Zasilanie	Sieciowe lub akumulatorowe		
Whymiany (dt. y czor. y unic.)	Układ optyczny: 129,6 cm × 69,9 cm × 57,9 cm		
wymary (ui. * szer. * wys.)	Układ zasilania: 80,0 cm × 58,1 cm × 48,2 cm		
Waga	Układ optyczny: ~60 kg		
vvaga	Układ zasilania: 75 kg		

Tabela 9.2. 2. Parametry opracowanego dwukanałowego czujnika

Do przetwarzania analogowo-cyfrowego (A/C) zastosowano czterokanałowy system składający się dwóch dwukanałowych kart pomiarowych typu CS328-12 firmy CleverScope. Oprogramowanie sensora opracowano w nowoczesnym środowisku programistycznym LabVIEW firmy National Instruments. Oprogramowanie to umożliwia połączenie pomiędzy czujnikiem a laptopem oraz zapewnia transmisję, archiwizację, przetwarzanie i zobrazowanie danych pomiarowych. Przetwarzanie danych pomiarowych polega na uśrednianiu liniowym próbek pomiarowych, aproksymacji, a następnie obliczeniu koncentracji badanego gazu na podstawie uzyskanego czasu zaniku sygnału podczas kalibracji a następnie w czasie pomiaru.

## 9.3. Bezprzewodowy system łączności optycznej w zakresie spektralnym 8–12 mikrometrów

Niezwykle ważnym problemem we współczesnym świecie jest dostęp do Internetu. Problem ten jest szczególnie istotny w warunkach gęstej zabudowy miejskiej, w której koszt instalacji linii światłowodowych jest znaczny. Łącza mikrofalowe nie mogą spełnić oczekiwań ze względu na ograniczone zasoby częstotliwości i ograniczone przesyłane pasmo. Pojawiło się przekonanie, że lukę tę z powodzeniem będą mogły wypełnić linie optyczne, działające w warunkach otwartej przestrzeni, niewymagające kosztownej infrastruktury i umożliwiające instalowanie ich na dachach budynków. Linie takie, łączące indywidualnych użytkowników z punktami węzłowymi, zapewniają indywidualny i wyłączny dostęp do sieci. Mogą, zatem stanowić pewne rozwinięcie dotychczas zainstalowanych metropolitalnych i dostępowych sieci światłowodowych. Co więcej, zmierza się do tego, aby istniejące połączenia światłowodowe w oknie 1550 nm przedłużać otwartymi łączami optycznymi na specjalnych trudnych odcinkach, stosując po stronie nadawczej światłowodowe wyjściowe wzmacniacze mocy. Podkreśla się również przydatność szybko instalowanych łączy optycznych w sytuacjach katastroficznych, gdy cała infrastruktura naziemna jest zniszczona. Ważną właściwością tych łączy jest ich duża odporność na podsłuch, ze względu na ograniczoną przestrzennie wiązkę, brak listków bocznych i łatwą kontrolę próby zakłócenia wiązki.

Opracowanie nowych laserów półprzewodnikowych, w szczególności kwantowych laserów kaskadowych – QCL oraz detektorów półprzewodnikowych na długofalowy zakres promieniowania podczerwonego otworzyło nowe możliwości przed tego typu łączami, ze względu na niższe tłumienia wprowadzane przez mgły o niewielkich cząstkach aerozoli i większe bezpieczeństwo dla wzroku.

Wobec stale rosnących potrzeb na usługi telekomunikacyjne należy się spodziewać również zwiększonego zainteresowania otwartymi łączami optycznymi, mimo, że lasery dalekiej podczerwieni są drogie i znajdują się w stadium rozwoju. Biorąc powyższe pod uwagę, jak również to, że w kraju istnieje silny ośrodek wytwarzający głównie na eksport detektory średniej i dalszej podczerwieni nadające się do użycia w tego typu łączach, podjęto się opracowania w pełni funkcjonalnego modelu łącza optycznego FSO (Free Space Optics) przystosowanego do współpracy z istniejącymi teleinformatycznymi sieciami światłowodowymi.

#### 9.3.1. Układ odbiorczy łącza

Już od kilku lat prowadzone są intensywne prace nad rozwojem szerokopasmowej łączności optycznej w otwartej przestrzeni pracującej w zakresie widmowym powyżej 8 µm. Z danych literaturowych a także z przeprowadzonych analiz wynika, że zapewnienie poprawnej łączności w niesprzyjających warunkach atmosferycznych zapewnić może wyłącznie łączność optyczna pracująca w wymienionym zakresie widmowym.

Detekcja sygnałów optycznych w tym zakresie jest znacznie trudniejsza niż w paśmie 1,5 μm. Możliwymi do zastosowania detektorami, które charakteryzują się dużymi szybkościami odpowiedzi i pracującymi w zakresie widmowym powyżej 8 μm są fotodiody. Osiągają one graniczne parametry przy chłodzeniu kriogenicznym. Chłodzenie to jest kłopotliwe i ze względów praktycznych nie zawsze może być zastosowane w odbiorniku łącza optycznego. Dlatego też w łączu tym wybrano rozwiązanie bez chłodzenia kriogenicznego. Użyto optymalizowane, specjalnie w tym celu zaprojektowane, moduły detekcyjne pracujące w temperaturze 300 K, w których elementem fotoczułym jest chłodzona termoelektrycznie fotodioda HgCdTe .

W detektorach tych osiągnięcie wysokiej wykrywalności i dużej szybkości działania zrealizowane zostało m.in. poprzez optymalizację struktury przyrządu, zastosowanie optyki immersyjnej oraz chłodzenie termoelektryczne.
Niechłodzone i chłodzone termoelektrycznie detektory HgCdTe, a na ich bazie moduły detekcyjne, od wielu lat są rozwijane w polskiej firmie VIGO System S.A. Dzięki zastosowaniu nowoczesnych technologii epitaksji i udoskonalonej architektury przyrządów uzyskano radykalny wzrost ich czułości i szybkości działania. Z przeznaczeniem dla szerokopasmowej telekomunikacji optycznej w otwartej przestrzeni, opracowano dwa szerokopasmowe moduły detekcyjne z detektorami promieniowania podczerwonego, optymalizowanymi na długość fali około 10 µm, pracującymi z chłodzeniem termoelektrycznym. Pierwszy moduł opracowano z immersyjną fotodiodą pracującą bez zasilania (#6679), natomiast w drugim module dodatkowo zastosowano zasilanie fotodiody napięciem wstecznym (#7351).

Moduły detekcyjne (rys. 9.3.1) są modyfikacją rodziny modułów detekcyjnych serii VPAC, opracowanych i produkowanych przez firmę VIGO System S.A. We wspólnej obudowie znajduje się detektor promieniowania, czterostopniowa chłodziarka termoelektryczna z czujnikiem temperatury, szerokopasmowy przedwzmacniacz transimpedancyjny, miniaturowy wentylator rozpraszający ciepło wydzielane przez chłodziarkę oraz rurki cieplne odprowadzające ciepło z chłodziarki do wentylatorka. Dodatkowe wyposażenie stanowi kontroler chłodziarki i zasilacz prądu stałego.



Rys. 9.3.1. Zintegrowane szerokopasmowe moduły detekcyjny serii VPAC. Moduł z immersyjną fotodiodą pracującą bez zasilania (#6679), widok z przodu i z tyłu (a). Moduł z immersyjną fotodiodą zasilaną napięciem wstecznym (#7351)(b)



#### Rys. 9.3. 2. Schemat blokowy modułu detekcyjnego

Przeprowadzono badania dwóch modułów detekcyjnych długofalowego promieniowania podczerwonego (8-14 μm) wyprodukowanych w firmie VIGO System S.A.: modułu pracującego z niezasilanym detektorem, oraz modułu z detektorem zasilanym napięciem wstecznym.

Dużą czułość uzyskano dzięki zastosowaniu złożonej heterostruktury Hg<sub>1-x</sub>Cd<sub>x</sub>Te i wykorzystaniu monolitycznej immersji optycznej. Struktura detekcyjna została zoptymalizowana do detekcji promieniowania o długości fali 10 μm. Obniżenie szumów detektora uzyskano dzięki jego schłodzeniu za pomocą czterostopniowej chłodziarki termoelektrycznej.

Moduł detekcyjny pracujący z niezasilanym detektorem charakteryzuje się wykrywalnością 9·10<sup>9</sup> cmHz<sup>1/2</sup>/W oraz stałą czasową 4 ns. Zastosowanie detektora zasilanego napięciem wstecznym umożliwiło uzyskanie wykrywalności modułu 3·10<sup>10</sup> cmHz<sup>1/2</sup>/W oraz stałej czasowej 260 ps.

#### 9.3.2. Budowa modułu nadawczego i odbiorczego

Zaprojektowano i wykonano moduły nadawcze i odbiorcze łącza FSO umożliwiające pracę w warunkach terenowych. Konstrukcja nadajnika łącza optoelektronicznego w zasadniczy sposób wpływa na właściwości użytkowe projektowanego łącza. W trakcie projektowania tego elementu kierowano się następującymi wyznacznikami: minimalizacją rozmiarów i masy, mobilnością, łatwością montażu i ukierunkowania wiązki, możliwością łatwego justowania zarówno układu nadawczego jak i odbiorczego.

Na rysunku 9.3.3 przedstawiono fotografię zaprojektowanego i wykonanego modułu nadawczego. Moduł składa się z układu optycznego, głowicy laserowej LLH, sterownika lasera LDD400, układu kolimującego wiązkę, układu chłodzenia cieczą oraz układu justowania - lasera zielonego i lunety.



Rys. 9.3.3. Budowa układu nadawczego łącza.

Zadaniem głowicy laserowej jest wytworzenie wiązki promieniowania o odpowiednich parametrach energetyczno-przestrzennych. Natomiast moduł sterujący LLD400 umożliwia sterowanie pracą lasera.

Moduł odbiorczy łącza optycznego składa się z układu optycznego, modułu detekcyjnego i układu elektronicznego przetwarzania sygnału. Fotografię budowy modułu odbiorczego przedstawiono na rys. 9.3.4.

W celu zapewnienie poprawnej i efektywnej pracy łącza optycznego konieczne jest zastosowanie układów optycznych współpracujących zarówno z nadajnikiem jak i odbiornikiem promieniowania laserowego.

Uzyskanie wiązki promieniowania o możliwie najmniejszej rozbieżności wymaga zastosowania odpowiedniej soczewki kolimującej promieniowanie emitowane przez złącze laserowe. W tym celu wykorzystano zewnętrzny układ optyczny składający się z pojedynczej soczewki wykonanej z germanu. Soczewka zamocowana jest w uchwycie umieszczonym na precyzyjnie regulowanym

stoliku umożliwiającym justowanie układu laser – soczewka. Zastosowano soczewkę o średnicy 25 mm i ogniskowej 25 mm.

Wiązka laserowa docierająca do odbiornika charakteryzuje się polem przekroju zdecydowanie większym niż apertury: wyjściowa nadajnika czy wejściowa odbiornika. Dlatego w układzie odbiorczym należy zastosować układ optyczny o możliwie największej aperturze wejściowej. W omawianym rozwiązaniu zdecydowano się na wykorzystanie pojedynczej soczewki wykonanej z germanu. Zastosowano soczewkę o średnicy 100 mm i ogniskowej 150 mm. Układ jednosoczewkowy w sposób zadowalający współpracuje z zastosowanym detektorem wyposażonym w zintegrowaną soczewkę immersyjną.

Podzespoły układu nadajnika i odbiornika umieszczono w specjalnie do tego celu zaprojektowanej konstrukcji mechanicznej. Projektując układ mechaniczny wzięto pod uwagę przede wszystkim gabaryty i masę urządzenia, łatwość montażu i justowania obu systemów, a także możliwość jego zastosowania w warunkach poza laboratoryjnych.

W celu ułatwienia justowania układu nadawczo-odbiorczego zastosowano lunetę i laser promieniowania widzialnego.



Rys. 9.3.4. Budowa układu odbiorczego łącza.

Z przeprowadzonych badań wynika, że w celu odprowadzenia ciepła z lasera, zastosowanie chłodziarki termoelektrycznej było niewystarczające. Dlatego też został zaprojektowany miniaturowy system chłodzenia wodą w obiegu zamkniętym.

#### 9.3.3. Badania łącza FSO w warunkach laboratoryjnych i terenowych

Badaniom poddano moduły nadawcze, w których zastosowano impulsowe lasery kaskadowe oraz ciągłego działania. Przeprowadzone badania miały na celu zbadanie słuszności przyjętej koncepcji systemu łączącego dwie sieci Ethernet, zbadanie podstawowych parametrów transmisji oraz czynników wpływających na jej przebieg. Przeprowadzono badania elementowej stopy błędów, szybkozmiennej fluktuacji fazy, kształtu i czasów trwania impulsów. W badaniach tych główną uwagę poświęcono laserowi kaskadowemu. Badania laboratoryjne przeprowadzano dla odległości pomiędzy laserem a detektorem ograniczonej rozmiarami pomieszczenia (ok. 20 m) dla różnych wartości natężenia promieniowania optycznego. Badania zakończono testem systemu FSO pracującego w warunkach terenowych.

Ze względu na kluczową rolę zmian amplitudy impulsów tworzących ciąg danych w dziedzinie czasu, szczególną uwagę poświęcono pomiarom kształtu impulsów laserowych w funkcji czasu ich trwania. Na podstawie wniosków wypływających z tych badań przeprowadzone zostały pomiary BER dla wybranych impulsów. Badania zakończono pomiarami transmisji sygnałów w sieci Ethernet.

Do badań wykorzystano wykonane układy nadajnika i odbiornika. Na rysunku 9.3.5 przedstawiono widok testowanych modułów w trakcie badań laboratoryjnych.



Rys. 9.3.5. Fotografia modułu odbiorczego i nadawczego łącza FSO w trakcie badań laboratoryjnych.

Moduły nadawczy i odbiorczy usytuowane zostały obok siebie i skierowane w stronę lustra znajdującego się po przeciwnej stronie laboratorium. Droga optyczna wynosiła około 20 metrów. Na rysunku 9.3.6 przedstawiony został schemat stanowiska pomiarowego.



Rys. 9.3.6. Schemat stanowiska pomiarowego do testowania łącza FSO w warunkach laboratoryjnych.

Badania kształtu impulsów przeprowadzono dla głowicy laserowej o numerze 3252, przeznaczonej do pracy impulsowej transmitującej sygnały zakodowane w kodzie RZ oraz głowicy 2968 umożliwiającej pracę ciągłą - kodowanie NRZ. Do badań zastosowano generator Picosecond 12000, który cyklicznie generował impulsy elektryczne o parametrach, których wartości przedstawiono w tabeli 9.3.1

Tabela. 9.3.1	Ustawienia generatora Picosecond 12000 przeznaczonego do badania kształtu
ir	npulsów laserowych oraz parametry sygnału wyjściowego.

Nazwa parametru	Wartość
Rodzaj pracy	Impulsowa
Częstotliwość generowanych impulsów	Regulowana od 100 kHz do 5 MHz
Czas trwania impulsów	Regulowany od 7 ns do 100 μs
Napięcie poziomu wysokiego	4,5 V
Napięcie poziomu niskiego	0 V

Zakres badań uwarunkowany był podstawowymi cechami charakteryzującymi stosowane sposoby kodowania danych. Dla kodowania RZ istotne jest nadanie i odebranie impulsu laserowego reprezentującego cyfrową "jedynkę". Czas trwania impulsu jest niezmienny w czasie transmisji danych. Dlatego w tym sposobie kodowania istotna jest moc szczytowa, natomiast czas trwania impulsu powinien być zredukowany w celu uzyskania korzystnych (termicznych) warunków pracy

struktury laserowej. W przypadku zastosowania kodowania NRZ bardzo często występuje wydłużenie impulsów reprezentujących transmitowane dane na skutek kumulacji wielu następujących po sobie stanów wysokich.

Zakres parametrów podany w tab. 9.3.1. odpowiada zarówno możliwościom diagnostycznym zastosowanych urządzeń pomiarowych jak również parametrom charakteryzującym zastosowane źródła i detektory. Opracowane w ramach projektu moduły detekcyjne charakteryzują się pasmami przenoszenia odpowiednio 150 MHz i 1GHz co pozwala z powodzeniem odbierać impulsy promieniowania o czasach trwania rzędu pojedynczych nanosekund. Zastosowane zestawy laserowe wyposażone są w zasilacze impulsowe LDD400 które charakteryzują się optymalną częstotliwością pracy wynoszącą 5 MHz. Zewnętrzne impulsy sterujące zestawem lasera powinny odpowiadać standardowi TTL, w szczególności w zakresie odpowiednich poziomów napięć.

Kształt impulsu laserowego był rejestrowany i analizowany za pomocą oscyloskopu cyfrowego Tektronix DSA70404. W urządzeniu tym rejestrowany był ciąg impulsów elektrycznych pochodzących z przedwzmacniacza, natomiast analizowany był jeden wybrany impuls. Na rysunku 9.3.7 przedstawiono charakterystyczne kształty przebiegów impulsowych lasera uzyskanych z głowicy laserowej 3252.





Z przeprowadzonych pomiarów wynika, że badany laser bardzo niekorzystnie reaguje na zwiększanie czasu trwania impulsu pompującego. Impulsy o krótkich czasach trwania (rzędu 8 ns) charakteryzują się korzystnym kształtem z punktu widzenia systemów teleinformatycznych. Należy podkreślić, że impuls laserowy zaprezentowany na rys. 9.3.7a jest impulsem w pobliżu progu generacji (dla badanego zestawu laserowego) a jego kształt nie zmienia się w całym zakresie badanych częstotliwości repetycji. Bardzo niekorzystnym zjawiskiem jest pojawienie się widocznych przemodulowań na skutek stosunkowo niewielkiego wzrostu czasu trwania impulsu (rys. 9.3.7b). Zjawisko to praktycznie uniemożliwia zastosowanie tego lasera w systemach teleinformatycznych wykorzystujących kodowanie NRZ.

Na rysunku 9.3.8 przedstawiono charakterystyczne kształty przebiegów impulsowych lasera uzyskanych z głowicy laserowej 2968. W celu umożliwienia dużej dynamiki zmian czasów trwania impulsów laserowych badania przeprowadzono dla stałej częstotliwości repetycji równej 100 kHz.



Rys. 9.3.8. Charakterystyczne kształty przebiegów impulsowych lasera uzyskanych z głowicy laserowej 2968.

Uzyskane wyniki pokazują, że drugi z badanych laserów może być wykorzystany do transmisji danych kodowanych zarówno protokołem RZ jak i NRZ. Charakteryzuje się on podobnym progiem generacji i minimalnym, możliwym do osiągnięcia czasem trwania impulsu, jak laser badany wcześniej. Ponadto umożliwia on wytwarzanie impulsów promieniowania o bardzo dużym czasie trwania, bez znaczących zmian amplitudy.

Na rysunku 9.3.9 przedstawiono charakterystyczne kształty przebiegów prądu zasilającego laser uzyskanych z głowicy laserowej 2968. Pomiary prowadzono jednocześnie z rejestracją impulsów laserowych prezentowanych powyżej.



Rys. 9.3.9. Charakterystyczne kształty przebiegów prądu zasilającego laser 2968.

Badania parametru Q przeprowadzono na głowicy laserowej 3252. Badania wykonano za pomocą tej samej aparatury badawczej co badania kształtu impulsów lecz zmieniono zarówno parametry generacji impulsów jak i sposób analizy wyników.

W badaniach tych generowano impulsy elektryczne zakodowane w kodzie pseudolosowym RZ o parametrach wymienionych w tabeli 9.3.2.

Nazwa parametru	Wartość		
Rodzaj pracy	Pseudolosowy		
Długość generowanego kodu	16 000 bitów		
Parametr n	14		
Rodzaj kodu	RZ		
Częstotliwość generowania impulsów	Regulowana od 100 kHz do 5 MHz		
Szerokość impulsów	Regulowana od 7 ns do 100 ns		
Napięcie poziomu wysokiego	4,5 V		
Napięcie poziomu niskiego	0 V		

Tabela 9.3.2.	Ustawienia generatora Picosecond 12000	) przeznaczonego do badania	parametru Q

Użyty do badań generator umożliwiał utworzenie sekwencji pseudolosowej bitów o maksymalnej długości równej 2<sup>n-1</sup> zapisanej w pamięci wewnętrznej urządzenia, gdzie parametr n wymieniony został w tabeli 9.3.2. Przebiegi impulsowe o zadanej częstotliwości, czasie trwania i amplitudzie wystawiane były na wyjściu generatora według utworzonej wcześniej sekwencji pseudolosowej.

Impulsy laserowe rejestrowane były za pomocą oscyloskopu cyfrowego Tektronix DSA70404. W urządzeniu tym rejestrowany był ciąg impulsów elektrycznych pochodzących z przedwzmacniacza. Do analizy parametru Q wykorzystywano wbudowane oprogramowanie analizujące oscyloskopu. Oprogramowanie to dokonywało akwizycji 256 impulsów, dokonywało ich nakładania i w postaci barwnej zobrazowywało częstość występowania, podobnie jak ma to miejsce w przypadku histogramu. W połowie czasu trwania impulsu dokonywany był pomiar zarówno wartości skutecznej napięcia szumów na poziomie logicznej jedynki i zera (tzn. na szczycie i u podstawy impulsu) jak i wartości średniej napięć szczytu i podstawy. Następnie obliczany był parametr Q a jego wartość wyświetlana była na ekranie oscyloskopu.

Na rysunku 9.3.10 przedstawiono graficznie uzyskane wyniki pomiarów, a ich wartości zaprezentowano w tabelach 9.3.3 i 4.





Jak wynika z rys. 9.3.10 wyznaczony parametr Q charakteryzuje się bardzo dużym rozrzutem wartości. Jednakże zakres osiąganych wartości parametru Q (od 7 do 35) pokazuje, że BER w najgorszym przypadku – dla częstotliwości powtarzania impulsów 2 MHz i czasu trwania impulsu wynoszącego 75 ns wynosi 10<sup>-12.</sup> Wartość ta świadczy o tym, że jakość połączenia nawet w skrajnym przypadku jest bardzo dobra.

Trudno jest jednoznacznie określić przyczynę tak dużych rozbieżności uzyskanych wyników, problem ten zostanie poddany dalszym badaniom. Wielkość parametru Q mierzona jest w połowie czasu trwania impulsu, który znacznie się zmienia. Na szczycie impulsu pojawiają się duże przemodulowania, co w połączeniu z zastosowaną procedurą pomiarową skutkować może niejednoznacznością uzyskanych wyników.

Badania laboratoryjne kompletnego urządzenia przeprowadzono na głowicy laserowej o numerze 2968. Przeprowadzono pomiar parametru Q w funkcji napięcia zasilającego układ LDD 400 przy stałym napięciu sterującym laser. Transmitowane były sygnały zakodowane w kodzie NRZ. Badanie to miało na celu oszacowanie napięcia zasilania, przy którym parametr Q będzie największy a więc BER najmniejszy. Badanie przeprowadzono dla trzech poziomów sygnału optycznego na wejściu detektora. Badania rozpoczęto od wprowadzenia detektora w stan nasycenia. Zmierzono wówczas amplitudę napięcia sygnału na wyjściu przedwzmacniacza. Następnie przesunięto moduł odbiornika aż do uzyskania na wyjściu przedwzmacniacza napięcia równego połowie amplitudy odpowiadającej stanowi nasycenia. Trzecie badanie wykonano w sposób analogiczny przesuwając moduł detekcyjny w celu otrzymania napięcie o wartości wynoszącej 20÷30 % napięcia odpowiadającego stanowi nasycenia.

W procedurze badawczej zastosowano uproszczenie, zastępując sieć komputerową pojedynczym komputerem. Do badań użyto dwóch komputerów reprezentujących dwie niezależne sieci komputerowe. Następnie sieci/komputery połączono za pomocą FSO. Przez FSO przesyłany był ciąg danych inicjowany z komputera umieszczonego po stronie nadawczej. Proces transmisji monitorowany był za pomocą aparatury badawczej. Badania przeprowadzono w warunkach określonych w tabeli 9.3.3.

Nazwa parametru	Wartość
Temperatura otoczenia	25 ºC
Temperatura lasera	25 ºC
Napięcie sterujące laser	10,9 V
Prąd sterujący	0,05 A
Rodzaj kodowania	NRZ, z ograniczeniem długości logicznych jedynek
Częstotliwość pracy nadajnika	2 MHz
Czas trwania symbolu	500 ns

 Tabela 9.3.3.
 Wartości parametrów podczas transmisji sygnałów.

Podczas badań wpływu napięcia sterującego lasera na wielkość parametru Q okazało się, że wpływ ten jest niewielki. Największy wartość parametru Q została osiągnięta dla napięcia sterującego 10,9 V i tą wartość napięcia przyjęto na cały czas trwania badań.

Znacznie większy wpływ miało napięcie zasilania układu LDD400. Wprawdzie producent urządzenia zalecał zasilanie układu napięciem 12 V, jednakże znacznie lepsze efekty przyniosło zmniejszenie tego napięcia. Na rysunku 9.3.11 przedstawiono widok ekranu analizatora Tektronix DSA 70404 ilustrujący metodę pomiaru parametru Q.

W warunkach terenowych, przy napięciu zasilania i sterowania określonych dla największego parametru Q dokonano pomiaru parametrów transmisji danych przesyłanych w sieci Ethernet. W celu pomiaru prędkości przesyłano plik o rozmiarze 100 MB używając programu TeraCopy.



Rys. 9.3.11. Widok ekranu analizatora Tektronix DSA70404 ilustrujący metodę pomiaru parametru Q.

Na rysunku 9.3.12 przedstawiono schemat stanowiska pomiarowego, natomiast na rys. 9.3.14 fotografię badań łącza w warunkach terenowych.



Rys. 9.3.12. Schemat stanowiska do pomiaru transmisji sygnału w warunkach terenowych.

Podłączono dwie sieci komputerowe w celu przesyłania danych z wykorzystaniem kodu NRZ za pomocą interfejsu ET–100. Po skonfigurowaniu sieci i uzyskaniu transmisji dokonano poprawnego przesłania 100 MB pliku i zmierzono prędkość transmisji. Podawana przez program prędkość transmisji oscylowała w granicach 250kB/s.

Uwzględniając pozostały ruch w sieci związany min. z potwierdzeniem poprawności transmisji, akceptacją pakietów, można sądzić, że rzeczywista prędkość transferu wynosiła pełną oferowaną przez interfejs szybkość 2 Mb/s.

Procedurę tę powtórzono trzykrotnie dla różnego poziomu sygnału na detektorze. W każdym przypadku zmierzono wartość sygnału i ustawiono próg komparacji w połowie tej wartości.

Następnie przystąpiono do przesłania 100 MB pliku. We wszystkich trzech przypadkach bez względu na poziom sygnału prędkość transmisji nie ulegała zmianie i wynosiła około 250kB/s. Poziom sygnału na detektorze zmieniano w sposób analogiczny do zastosowanego podczas badań laboratoryjnych, metodą wzajemnego przekoszenia osi optycznych.



Rys. 9.3.13. Fotografia stanowiska do pomiaru transmisji sygnału w warunkach terenowych



Rys. 9.3.14. Transmisja sygnałów

str. 362

#### 9.3.4. Podsumowanie

Zrealizowane prace naukowo-badawcze zaowocowały opracowaniem demonstratora łącza optycznego realizującego transmisję danych w otwartej przestrzeni przy wykorzystaniu promieniowania optycznego z zakresu spektralnego 8–12 mikrometrów.

Osiągnięcie efektu finalnego było możliwe dzięki realizacji zadań cząstkowych do których należy zaliczyć:

- Zaprojektowanie i wykonanie heterostruktury HgCdTe zasilanej wstecznie, co umożliwiło uzyskanie wykrywalności bliskiej do fundamentalnych granic określonych przez szum kwantowy promieniowania tła i jednocześnie, subnanosekundowych stałych czasowych spełniających wymagania stawiane długofalowym detektorom dla telekomunikacji optycznej w otwartej przestrzeni.
- 2. Modelowanie przedwzmacniaczy transimpedancyjnych w celu uzyskania niskich szumów oraz właściwego pasma przenoszenia sygnałów użytecznych. Opracowany przedwzmacniacz, współpracujący z detektorem niepolaryzowanym, charakteryzuje się transimpedancją równą 2.7·10<sup>4</sup>, oraz pasmem przenoszenia 0,001÷150 MHz, dopasowanym do maksymalnej częstotliwości pracy lasera. Gęstość widmowa napięcia szumów (uśredniona w paśmie wzmacniacza) wyniosła 430 nV/Hz<sup>1/2.</sup> Czułość napięciowa stopnia wejściowego fotoodbiornika wyniosła 130000 V/W. Dla stopnia wejściowego z detektorem polaryzowanym napięciem o wartości -200mV uzyskano: transimpedancję 13,5·10<sup>3</sup> V/W, pasmo przenoszenia 0,001÷1000 MHz, gęstość widmową napięcia szumów 210 nV/Hz<sup>1/2</sup>, oraz czułość napięciową 210000 V/W.
- 3. Wykonanie szerokopasmowych modułów detekcyjnych składających się z detektora promieniowania, czterostopniowej chłodziarki termoelektrycznej z czujnikiem temperatury, szerokopasmowego przedwzmacniacza transimpedancyjnego, miniaturowego wentylatora rozpraszającego ciepło wydzielane przez chłodziarkę, rurek cieplnych odprowadzających ciepło z chłodziarki do wentylatorka oraz obudowy.
- 4. Przeprowadzenie badań dwóch modułów detekcyjnych: modułu pracującego z niezasilanym detektorem, oraz modułu z detektorem zasilanym napięciem wstecznym. Dużą czułość uzyskano dzięki zastosowaniu złożonej heterostruktury Hg<sub>1-x</sub>Cd<sub>x</sub>Te i wykorzystaniu monolitycznej immersji optycznej. Obniżenie szumów detektora uzyskano dzięki jego chłodzeniu za pomocą czterostopniowej chłodziarki termoelektrycznej. Moduł detekcyjny pracujący z niezasilanym detektorem charakteryzuje się wykrywalnością 9·10<sup>9</sup> cmHz<sup>1/2</sup>/W oraz stałą czasową 4 ns. Zastosowanie detektora zasilanego napięciem wstecznym umożliwiło uzyskanie wykrywalności modułu 3·10<sup>10</sup> cmHz<sup>1/2</sup>/W oraz stałej czasowej 260 ps. Moduły te mogą być, zatem z powodzeniem stosowane w łączach optoelektronicznych nowej generacji.

Przeprowadzono badania nadajników łącza z laserami firmy Alpes Lasers. Wykazano, że najbardziej efektywnymi źródłami promieniowania będą lasery kaskadowe firmy Alpes Lasers, model sbcw3252 oraz sbcw2968. Lasery te umożliwiają pracę zarówno w trybie impulsowym, jak i ciągłym (o dużym współczynniku wypełnienia).

W pierwszym etapie badań przeprowadzono pomiary kształtu impulsów laserowych dla różnych warunków pracy. Przeprowadzono także badania rozbieżności wiązki. Z przeprowadzonych badań wynika, że rozbieżność wiązki badanego lasera wynosi około 2,5 mrad.

Z przeprowadzonych badań wynika, że lasery sbcw3252 oraz sbcw2968 firmy Alpes Lasers mogą być z powodzeniem zastosowane w łączu FSO. W celu uzyskania transmisji rzędu 2 Mb/s należy

zapewnić następujące parametry modułu laserowego: napięcie polaryzacji 12 V, temperaturę pracy lasera -20°C, czas trwania impulsu 400 ns.

Parametry czasowe charakteryzujące ciągi impulsów promieniowania generowanego przez dostępne handlowo lasery kaskadowe uniemożliwiają zbudowanie FSO przeznaczonych do transmisji sygnałów o dużych przepływnościach. Zatem, w ramach projektu opracowano system, który umożliwia łączenie sieci komputerowych. Przebadano dwa przypadki, w których laser pracował impulsowo oraz generował falę ciągłą. Do pracy impulsowej przewidziano interfejs zbudowany na bazie procesora Rabbit 4000, który transmisję Ethernet konwertował na transmisję szeregową w kodzie RZI o parametrach czasowych dostosowanych do lasera kaskadowego. Natomiast laser kaskadowy ciągłego działania sterowany był za pomocą mostu Et–100 generującego transmisję w kodzie NRZ. W obu przypadkach pracowano z częstotliwością 2 MHz.

Opracowane łącze zostało przebadane zarówno w warunkach laboratoryjnych jak i w terenie. Uzyskane wyniki badań potwierdzają w pełni słuszność przyjętych założeń. Osiągnięcie transferu 2 Mb/s nie stanowi problemu. Pasmo przenoszenia laserów kaskadowych jest szersze, co umożliwia zwiększenie prędkości transmisji. Wymaga to jednakże opracowania szybszego interfejsu komunikacyjnego pracującego w kodzie NRZ i zastąpienia układu zasilania LDD400 innym układem o znacznie szerszym paśmie przenoszenia.

#### 9.4. Układy sterowania kwantowych laserów kaskadowych

W Zespole Detekcji Sygnałów Optycznych, Instytutu Optoelektroniki WAT od kilku lat prowadzone są prace dotyczące laserowej spektroskopii absorpcyjnej oraz laserowej łączności w otwartej przestrzeni. W obu aplikacjach zasadniczym elementem są kwantowe lasery kaskadowe (lasery QC- Quantum Cascade Lasers). W pierwszym etapie prac badawczych wykorzystywano komercyjne układy sterowania pracą tych laserów, dostarczane głównie przez ich producentów. Niestety, nie zawsze ich parametry spełniały nasze oczekiwania. Ponadto złożona konstrukcja, duże wymiary i wysokie koszty stanowiły istotne ograniczenie w zakresie możliwości opracowania nowych metod i urządzeń. W Polsce do tej pory nie było istotnej potrzeby zajęcia się tematyką sterowania pracą laserów QC ze względu na brak krajowych producentów. Jednakże opracowanie w Instytucie Technologii Elektronowej laserów kaskadowych oraz prowadzone w IOE WAT prace badawczo-rozwojowe spowodowały konieczność podjęcia prac z powyższej tematyki.

#### 9.4.1. Wprowadzenie

Kwantowe lasery kaskadowe stanowią jedno z największych odkryć w dziedzinie techniki laserowej. Charakteryzują się one m.in. dużą sprawnością, selektywnością oraz szybkością pracy. Znajdują one przez to zastosowanie zarówno w zastosowaniach cywilnych, jak i wojskowych. Są one coraz częściej główny elementem różnych układów spektroskopii absorpcyjnej, w systemach transmisji danych w otwartej przestrzeni, w układach śledzenia i wskazywania obiektów oraz w oślepiaczach laserowych. Wraz z rozwojem tych technologii pojawiła się konieczność opracowania zintegrowanych, kompaktowych i ekonomicznych sterowników impulsów pradowych i kontrolerów modułów termoelektrycznych. W wypadku zastosowania modułów Peltier, ich właściwości ściśle zależą od trybu pracy laserów. W przypadku impulsów o krótkich czasach trwania (o małym współczynniku wypełnienia), moduły te powinny zapewniać jedynie stabilizację temperatury, zatem wymagania na moc nie są zbyt duże. Dla laserów o pracy ciągłej, główny nacisk kładzie się na odprowadzanie ciepła wytwarzanego w jego strukturze. Na świecie istnieją moduły laserowe, w których lasery są zintegrowane z elektronicznymi sterownikami. Jednakże są one dedykowane głównie do bipolarnych diod laserowych. Nie można ich bezpośrednio zastosować do sterowania laserów QC, dlatego że lasery kaskadowe wymagają znacznie większych wartości prądu, jak i napięcia. Poza tym, lasery bipolarne rozpatrywane są jako elementy gromadzące ładunek i ich sterowniki są optymalizowane pod kątem współpracy z elementami pojemnościowymi. W przypadku laserów QC zakłada się, że są to elementy o charakterze rezystancyjnym. Chociaż istnieją również składowe pojemnościowe wynikające m.in. z technologii wewnętrznych połączeń, ich montażu i doprowadzeń sygnałów sterujących. Dodatkowo, rezystancja dynamiczna lasera zależy od jego punktu pracy. Przykładowo, zakres jej zmian może wynosić od 2  $\Omega$  do 20  $\Omega$ . Ponieważ jej wartość jest znacznie mniejsza od typowej wartości 50  $\Omega$ , dlatego przy projektowaniu modułów laserowych należy zwrócić szczególną uwagę na dopasowanie impedancji obciążenia i sterownika. Ze względu na duży zakres zmian rezystancji, procedura dopasowania impedancji jest bardzo złożona i niekiedy mało precyzyjna. Dlatego też, niezbędne są wysokowydajne generatory impulsów prądowych. Oprócz tego, na rynku istnieje wiele różnych rodzajów tego typu laserów, ich konstrukcji oraz sposobu doprowadzeń sygnałów, przez co wymagają bardzo zróżnicowanych impulsów sterujących. Zatem definiują one ściśle określone warunki pracy. Ponadto ciągły rozwój technologii tych laserów wymusza, aby opracowywane sterowniki charakteryzowały się pewnym zakresem regulacji parametrów generowanych sygnałów. Umożliwi to w przyszłości np. prostszą rozbudowę lub wymianę lasera wykorzystywanego w danej aplikacji. W wielu wypadkach zastosowanie nowego lasera i użycie standardowego modułu sterującego może być niewystarczające i wówczas konieczne będzie opracowanie "własnych" sterowników zintegrowanych z kontrolerami chłodziarek termoelektrycznych (TEC). Ich właściwości będą ściśle powiązane z możliwością praktycznych aplikacji.

#### 9.4.2. Laboratoryjne układy sterowania kwantowych laserów kaskadowych

Kwantowe lasery kaskadowe składają się z kilkudziesięciu pojedynczych warstw. Dlatego też do ich zasilania niezbędne jest zastosowanie prądów i napięć o dużych wartościach. Powoduje to jednocześnie wytworzenie dużej ilości ciepła. Niezbędne jest zatem zastosowanie impulsów sterujących o krótkich czasach trwania oraz o małym współczynniku wypełnienia. Ponadto, impulsy sterujące powinny charakteryzować się stabilną wartością amplitudy oraz nie powinny wprowadzać szumów. Zatem do zasilania laserów QC należy stosować wydajne układy regulacji i stabilizacji temperatury. Zmiana temperatury struktury lasera powoduje zmianę jego parametrów, np. kształtu charakterystyki prądowo-napięciowej (wartości prądu progowego, sprawności różniczkowej) oraz kształtu charakterystyki widmowej promieniowania. Przy wstępnej ocenie parametrów danego lasera rozpatrywane są zatem charakterystyki temperaturowe mocy promieniowania i napięcia od prądu zasilania (ang. Light-Current-Voltage, L-I-V) oraz charakterystyki zmian prądu progowego i sprawności. Na ich podstawie wyznaczane są tzw. temperatury charakterystyczne.

Istotnym etapem projektowania laserów QC jest prowadzenie wiarygodnej charakteryzacji każdej wytworzonej struktury laserowej. Wymaga to przeprowadzenia wielu pomiarów w warunkach. Dlatego też, zdecydowano się na opracowanie w powtarzalnych pełni zautomatyzowanego stanowiska laboratoryjnego stanowiącego efektywne narzędzie diagnostyczne do badań kwantowych laserów kaskadowych. Elementami składowymi tego stanowiska są wysokiej klasy komercyjne przyrządy dedykowane do badań laserów kaskadowych. Do montażu badanych laserów QC zastosowano zmodyfikowaną konstrukcję głowicy laserowej firmy ILX (Newport) model LDM-4872. Modyfikacja głowicy polegała na wymianie zamontowanej w niej chłodziarki termoelektrycznej o mocy cieplnej 10 W na moduł TEC o mocy 80 W. Do sterowania pracą lasera zastosowano impulsowy sterownik prądu. Ze względu na przyjęty szeroki zakres prądów zasilania lasera, wymiennie stosowano dwa urządzenia. W wypadku impulsów prądowych o amplitudzie powyżej 4 A zastosowano sterownik firmy IXYS model PCX7420. Do sterowania impulsami prądowymi poniżej 4 A był natomiast użyty sterownik LDX-3232 firmy ILX Ligthwave (Newport). Do regulacji temperatury pracy lasera zastosowano przyrząd firmy Arroyo model 5310. Urządzenie to umożliwia także zasilanie modułów Peltier o mocy 120 W z uwzględnieniem opcji ustawień parametrów PID. Do wyznaczenia mocy promieniowania laserowego zastosowano dwa układy pomiarowe: miernik mocy firmy Standa model Solo 2 oraz wysokoczuły moduł detekcyjny z detektorem HgCdTe firmy Vigo System S.A. Wybór układu jest ściśle uzależniony od wartości mocy mierzonego promieniowania. Na rysunku 9.4.1 przedstawiono widok opracowanego stanowiska pomiarowego.



Rys. 9.4.1. Schemat blokowy i widok stanowiska do badań laserów kaskadowych. str. 366

Ze względu na ograniczone możliwości opisanego systemu pomiarowego (mały współczynnik wypełnienia impulsów, małe wartości prądów oraz jego złożoną i kosztowną konstrukcję zdecydowano się na opracowanie zintegrowanego laboratoryjnego sterownika laserów kaskadowych. Prace były prowadzone we współudziale zespołu z Zakładu Techniki Laserowej, IOE. Umożliwia on regulację zarówno parametrów energetycznych, jak i czasowych wytwarzanych impulsów. Jest on wyposażany w mikroprocesorowy kontroler chłodziarek termoelektrycznych.

Sterownik ten może pracować zarówno w trybie impulsowym, jak i w trybie impulsowym ze składową stałą (DC). Składowa DC może być dodawana do przebiegów impulsowych z wewnętrznego lub z zewnętrznego źródła zasilania. Czasy trwania i częstotliwości generowanych impulsów są regulowane w wewnętrznym generatorze lub otrzymane z zewnętrznego źródła sygnału TTL. Dzięki zastosowaniu specjalnych wyjść monitorujących, istnieje możliwość obserwacji kształtu impulsów sterujących. Widok i schemat blokowy laboratoryjnego układu przeznaczonego do sterowania laserami QC przedstawiono na rys. 9.4. 2.



Rys. 4.9.2. Schemat blokowy (a) i fotografia zintegrowanego laboratoryjnego sterownika laserów QC (b).

Opracowany sterownik składa się z układu chłodzenia lasera (kontroler, obudowa z chłodziarką modułu termoelektryczną), impulsowego sterownika prądu, modułu zasilania DC, mikroprocesorowego układu sterowania wraz z wbudowanym programowalnym generatorem impulsów, interfejsu (panelu) użytkownika. Moduł impulsowego sterownika prądu jest zbudowany ze stabilizowanych zasilaczy oraz układu kluczowania prądu. W module tym zastosowano sterownik prądowy PCO 7120 firmy IXYS. Moduł zasilania DC składa się z tranzystorowego źródła prądowego umożliwiającego płynną regulację wartości natężenia prądu wyjściowego. Wypadkowe natężenie prądu płynącego przez laser jest sumą prądu wytwarzanego w module impulsowego sterownika i składowej DC otrzymanej z modułu zasilania. Wszystkie moduły są sterowane za pomocą jednoukładowego mikroprocesora. Umożliwia on regulację parametrów wewnętrznego generatora, oraz transmisję i wymianę danych z komputerem poprzez interfejs USB. Możliwa jest także obsługa sterownika z panelu użytkownika. W tabeli 9.4.1 zestawiono możliwe do osiągnięcia parametry punktu pracy lasera kaskadowego dla dwóch systemów pomiarowych.

	Zintegrowar	ny sterownik	System pomiarowy		
Parametr	Źródło wewnętrzne	Źródło zewnętrzne	Sterownik PCX	Sterownik ILX	
Czas trwania impulsu	min. 0,2 – max.	min.0,015	min. 0.05	min. 1	
[µs]	70%	max70%	max. 500 ms*	max. 100%	
Częstotliwość [kHz]	max. 100	< 10 000	100	150	
Prąd [A]	< 15 A	Х	15,4	2/4	
Prąd DC [mA]	500	2000	5	x	
Kontroler temperatury	150 W, 0,02K		120W, 0,01K		

Tabela 9.4.1.	Parametry	y systemu	pomiarowego	i zintegrowanego	sterownika	laboratory	ineg	30
				0 0			, L	

\*ograniczenie poziomem prądu

# 9.4.3. Zintegrowany sterownik laserów kaskadowych na potrzeby laserowej łączności w otwartej przestrzeni

Jednym z głównych parametrów systemów łączności laserowej jest przepustowość oraz zasieg. W trakcie opracowywania nadajników łączy optycznych z laserami kaskadowymi okazało się, że ich maksymalna częstotliwość pracy, współczynnik wypełnienia impulsów, jak i stopień integracji są ograniczone przede wszystkim parametrami i właściwościami zastosowanych komercyjnych sterowników. Dlatego też, zdecydowano się opracować kompaktowy sterownik, który mógłby zostać docelowo zamontowany w małej głowicy nadajnika (rys.9.4.3a). Układ powstał we współpracy zespołu z Politechniki Warszawskiej (dr inż. Ryszard Niedbała). Jest to w pełni zintegrowany układ składający się z niezależnych elementów przeznaczonych m.in. do zasilania, wytwarzania impulsów, kontroli ich poziomu oraz do stabilizacji temperatury pracy lasera. Zastosowano w nim m.in. zabezpieczenie przeciwzwarciowe oraz ogranicznik wartości prądu szczytowego. Specjalnie opracowana procedura komunikacji między kontrolerem temperatury a sterownikiem impulsów prądowych umożliwia pracę jedynie dla zadanej temperatury lasera. Głównymi elementami sterownika impulsów prądowych są generator oraz stopień wyjściowy mocy. Stopień ten został opracowany wykorzystując dwa zintegrowane układy zasilania firmy Ic-Haus model iC-HG. Pierwszy z nich pracuje jako generator impulsów wysokoprądowych, drugi natomiast umożliwia dodanie składowej stałej (rys. 9.4.3b).



Rys. 9.4.3. Widok kompaktowego sterownika laserów kaskadowych (a) oraz schemat jego stopnia wyjściowego mocy (b)

W tabeli 9.4.2 zestawiono dane zintegrowanego sterownika laserów kaskadowych na potrzeby łączności optycznej.

Parametr	Wartość
Prąd [A]	0.1-5.0 A
Czas trwania impulsu [µs]	0,030 – 5
Częstotliwość impulsów [MHz]	0,1 - 25
Tryby pracy	impulsowy, ciągły, pojedynczy impuls, paczka impulsów
Kontroler temperatury	240W, 1K

Tabela 9.4.2. Parametry zintegrowanego sterownika laserów QC na potrzeby łączności optycznej

## 9.4.4. Zintegrowany sterownik laserów kaskadowych na potrzeby laserowej spektroskopii absorpcyjnej

Laserowa spektroskopia absorpcyjna daje możliwość detekcji śladowych ilości substancji gazowych. Istnieje wiele technik wykorzystujących oddziaływanie promieniowania laserowego z materią. W kilku z nich zastosowano tzw. impulsową modulację widma lasera. W technice tej wytworzone zostaje "okno widmowe", w zakresie którego dokonuje się analiz zjawiska absorpcji. Przestrajanie widma odbywa się pod wpływem zmian wartości sygnału sterującego (prądu). W praktyce wyróżnia się dwie metody umożliwiające uzyskanie powyższego efektu: poprzez tzw. modulację wewnątrz-impulsową (intra-pulse) lub też między-impulsową (inter-pulse). W trybie intra-pulse, analiza absorpcji badanej materii jest przeprowadzana w trakcie trwania pojedynczego impulsu. W metodzie tej laser pobudzany jest długimi impulsami prostokątnymi o czasie trwania od setek ns do kilku µs. Czas ten jest na tyle długi, że przepływający prąd powoduje zmianę temperatury lasera i w konsekwencji przestrajanie długości fali emitowanego promieniowania. W drugim trybie modulacji wymagane jest wytworzenie wielu impulsów, aby otrzymać pełne zobrazowanie w założonym zakresie widmowym. W metodzie inter-pulse laser zasilany jest sygnałem prądowym powstałym w wyniku nałożenia około stu krótkich impulsów szpilkowych, o czasie trwania kilku nanosekund, na przebieg piłokształtny o czasie trwania rzędu 10 µs. Dla prawidłowej pracy układu, istotne jest zachowanie odpowiedniego stosunku amplitud tych sygnałów. Amplituda przebiegu piłokształtnego musi być na tyle mała, aby prąd płynący przez laser był poniżej wartości prądu

progowego. Przebieg piłokształtny powoduje podgrzanie lasera. Natomiast amplituda przebiegu wypadkowego, będącego sumą impulsów szpilkowych i przebiegu piłokształtnego, powinna być wyższa od napięcia progowego lasera QC. Zatem każdy kolejny impuls szpilkowy powoduje generację promieniowania optycznego o innej długości fali.

Opracowany sterownik umożliwia pracę lasera QC zarówno w trybie inter-pulse, jak również intra-pulse. Widok oraz schemat blokowy tego sterownika przedstawiono na rys. 9.4.4. Składa się on z trzech zasadniczych elementów:

- kontrolera chłodziarek termoelektrycznych,
- układu kluczowania prądu w trybie wewnątrzimpulsowym,
- układu kluczowania prądu w trybie międzyimpulsowym.



Rys. 9.4.4. Schemat blokowy i widok sterownika laserów kaskadowych.

Do sterowania lasera kaskadowego w trybie wewnątrzimpulsowym zaproponowano klasyczny układ z kluczowaniem szeregowym bez składowej stałej. Podanie impulsu sterującego na wejście układu powoduje wprowadzenie tranzystora w nasycenie i przepływ prądu przez laser. W celu zapewnienia kompatybilności sterowania sygnałami TTL zastosowano dedykowany sterownik tranzystorów MOSFET. Generacja bardzo krótkich impulsów prądowych pozbawionych zakłóceń w układzie z tranzystorem kluczującym MOSFET nie jest zagadnieniem łatwym. Wynika to głównie z ograniczeń parametrów poszczególnych podzespołów oraz z wpływu pasożytniczych indukcyjności i pojemności występujących w obwodzie obciążenia. Niezwykle ważnym przy tym elementem sterownika jest tranzystor kluczujący. Charakteryzuje się on czasem włączania rzędu kilku nanosekund i małą pojemnością bramka-źródło.

W wypadku pracy w trybie inter-pulse, sterownik pracuje w konfiguracji układu modulacji lasera z kluczowaniem szeregowym ze składową stałą. Pod względem budowy jest on podobny do układów nadajników laserowych przeznaczonych do transmisji światłowodowej, gdzie jedno źródło prądowe determinuje natężenie prądu modulacji, natomiast drugie dodaje składową stałą. Poziom składowej stałej powinien być mniejszy od wartości prądu progowego lasera.

Parametr	Intra-pulse	Inter-pulse
Czas trwania impulsu [μs]	0,1-1	dla imp. prostokątnego 0,025 dla syg. piłokształtnego 0,2-10
Częstotliwość [kHz]	< 100	< 100
Amplituda prądu [A]	<7 A	dla imp. prostokątnego < 7A dla syg. piłokształtnego < 2 A
Kontroler temperatury	0,1K	

W Tabeli 9.4.3 zestawiono możliwe do osiągnięcia parametry punktu pracy lasera kaskadowego dla dwóch systemów pomiarowych.

#### 9.4.5. Podsumowanie

Opracowany zestaw sterowników stanowi unikalne narzędzie w technologiach wykorzystujących kwantowe lasery kaskadowe. Zostały one już zastosowane wielu badaniach prowadzonych w Instytucie Optoelektroniki WAT, jak również w Instytucie Technologii Elektronowej PAN. Głównymi ich zaletami jest zwarta konstrukcja oraz zakres możliwości generacji sygnałów o dużym poziomie napięć i prądów, jak również i sygnałów o bardziej złożonych kształtach np. ze składową polaryzacją, krótkich impulsów nałożonych na przebieg piłokształtny.

# 10. Prace badawczo rozwojowe dotyczące modernizacji przeciwlotniczego zestawu rakietowego GROM-M.

Podstawowym celem prac prowadzonych w Zespole Elektroniki Kwantowej jest modernizacja opracowanego w poprzednich latach przeciwlotniczego zestawu rakietowego GROM. Prowadzone w latach 2010-2012 prace badawczo rozwojowe miały za zadanie opracowanie wybranych zagadnień związanych z modernizacją ww. zestawu. Prace te mają z reguły charakter poufny lub tajny stąd w niniejszym sprawozdaniu przedstawiono bardzo ogólnikowo wybrane wyniki, które mogą zostać ujawnione.

## 10.1. Opracowanie modelu dwuspektralnej odpornej na zakłócenia termalne o podwyższonej wykrywalności głowicy samonaprowadzającej GSN do przenośnego przeciwlotniczego zestawu rakietowego "GROM - M"

Celem projektu było opracowanie modelu głowicy samonaprowadzającej (GSN) o podwyższonej wykrywalności i odporności na zakłócenia termalne, opartej na sensorach promieniowania podczerwonego o zwiększonej detekcyjności i dopasowanym widmowym paśmie roboczym, przeznaczonej do opracowywanego zestawu rakietowego bliskiego zasięgu GROM–M. W nowym modelu głowicy samonaprowadzającej GSN uzyskano :

- zwiększenie zasięgu wykrycia celu przez pocisk rakietowy w wyniku zastosowania nowoczesnych sensorów promieniowania podczerwonego o zwiększonej wykrywalności, optymalizacji parametrów przedwzmacniaczy i układów obróbki sygnałów, opracowania cyfrowych algorytmów pracy reprogramowalnej głowicy samonaprowadzającej.
- zwiększenie odporności na zakłócenia termalne poprzez zoptymalizowanie pasm detekcyjnych sensorów koordynatora oraz dynamiki pracy układów obróbki sygnałów GSN.
- zwiększenie dokładności trafienia poprzez poprawę charakterystyk sterowania w strefie dalekiej i bliskiej z możliwością wyłączenia przesunięcia punktu trafienia, oraz wprowadzenia żyroskopu laserowego do układu stabilizacji obrotów w GSN.

## 10.2. Opracowanie modelu przedziału bojowego z optoelektronicznym zapalnikiem zbliżeniowym przeznaczonym do przenośnego przeciwlotniczego zestawu rakietowego "GROM - M"

Przedział bojowy rakiety MANPADS GROM zawiera zapalnik oraz część bojową w defragmentującej się obudowie. Przedział bojowy zawiera:

- Ładunek bojowy w defragmentującej się gładkiej obudowie,
- Zapalnik uderzeniowy inicjowany przez dwa zjawiska fizyczne; prądy wirowe i wibracje mechaniczne.

Dla zwiększenia efektywności działania wprowadzono opóźnienie zadziałania względem momentu osiągnięcia celu.

Podjęcie prac w ramach projektu rozwojowego ma na celu opracowanie przedziału bojowego zapewniającą osiągnięcie znacznie wyższej wartości  $P_k$  (*probability to kill* – prawdopodobieństwo zniszczenia celu). Jest to bezwzględnie konieczne dla zwalczania celów poruszających się na niskich wysokościach z małymi prędkościami, szybko poruszających się samolotów odrzutowych, oraz zwalczania nowych celów powietrznych, charakteryzujących się bardzo niskim poziomem promieniowania podczerwonego ich sygnatury termicznej:

- środków bezpilotowych rozpoznawczych i bojowych, rakiet skrzydlatych, itp.
- samolotów o zmniejszonej emisyjności strug gazowych i silnika,
- śmigłowców z rozpraszaniem gazów wylotowych i wykorzystaniem osłon termicznych.

Efektywność działania przedziału bojowego w sposób krytyczny zależy od rodzaju zastosowanego zapalnika. Aktywny zapalnik zbliżeniowy powoduje detonację, kiedy cel znajdzie się w zdefiniowanej uprzednio przestrzeni, bezpośrednio otaczającej rakietę.

Przykładową konstrukcją przenośnej rakiety przeciwlotniczej, w której zastosowano programowalny zapalnik zbliżeniowy (wraz z zapalnikiem zderzeniowym), jest wprowadzona na uzbrojenie armii rosyjskiej w 2005r IGŁA S (patrz rys. 10.1).

**Diody laserowe** 



Rys. 10.1. Schemat rakiety IGLA S wraz z głowicą samonaprowadzającą .

## 10.3. Opracowanie układu autoryzacji dostępu wraz z układem wyłączania przesunięcia punku trafienia do przenośnego przeciwlotniczego zestawu rakietowego GROM"

Układ Autoryzacji – UA dostępu służy do zabezpieczenia zestawów rakietowych GROM przed nieuprawnionym użyciem (patrz rys. 10.2). Istotnym elementem UA jest Klucz Układu Autoryzacji – KUA.



Rys. 10.2. Schemat ideowy układu autoryzacji.

Po włączeniu zasilania zestawu (nakłuciu NBZ) elementy UA komunikują się ze sobą po standardowym okablowaniu elementów zestawu i blokują jednocześnie normalny proces uruchomienia zestawu (widoczny brak rozbiegu żyroskopu). Po uzyskaniu połączenia UA sprawdza liczbę nieuprawnionych prób potwierdzenia prawa dostępu oraz indywidualne i grupowe identyfikatory własne elementów. Jeśli zapisana w KUA liczba prób nieuprawnionych nie przekracza wartości granicznej i spełnione jest kryterium uprawnionego dostępu, to proces uruchomienia zestawu jest kontynuowany (następuje rozbieg żyroskopu, analiza kryteriów startu i dalsze procedury startowe), a gdy kryterium nie jest spełnione, proces uruchomienia zostaje przerwany i zapisany jako kolejna nieuprawniona próba potwierdzenia prawa dostępu. Jeżeli liczba prób nieuprawnionych przekroczy wartość graniczną, automatycznie zostaje wyłączony KUA – nieaktywny KUA nie komunikuje się z pozostałymi elementami UAiBP i nie spełnia kryterium uprawnionego dostępu.

#### Charakterystyki taktyczne układu autoryzacji:

- <u>potwierdzenie prawa dostępu</u> pozytywne dla zgodnych identyfikatorów kompletu rakieta-KUA – negatywne dla identyfikatorów niezgodnych;
- liczba nieuprawnionych prób potwierdzenia prawa dostępu maksymalnie 5 prób negatywnych do zablokowania KUA;
- liczba uprawnionych prób potwierdzenia prawa dostępu nieograniczona ilość prób bez odpalenia rakiety – 1 użycie ze startem rakiety (blokada KUA przy odpaleniu);
- warunkiem odpalenia rakiety jest zgodność identyfikatorów indywidualnych rakieta-KUA oraz grupowych rakieta-KUA-MS
- dowolny MS z danej grupy zestawów (kraju) może odpalić dowolną rakietę z tej samej grupy/kraju pod warunkiem podłączenia KUA z identyfikatorem tej rakiety.

## 10.4. Opracowanie modelu przedziału sterowania z elektrycznym proporcjonalnym wychylaniem sterów przeznaczonego do przenośnego przeciwlotniczego zestawu rakietowego "GROM-M"

Zadanie dotyczyło wykonania analizy konstrukcji bloku sterów (patrz rys. 10.3) pod względem możliwości wykonawstwa poszczególnych elementów i części przez Bumar Amunicja S.A. a także badań wpływu elementów konstrukcji wyrobu na jego charakterystyki aerodynamiczne. W wyniku badań eksperymentalnych dla zmiany kątów ataku i liczby Macha otrzymano współczynniki sił i momentów aerodynamicznych, jakości aerodynamicznej, współrzędnych centrum ciśnienia, które pozwalają przeprowadzić ocenę stopnia doskonałości aerodynamicznej oraz określić kryterium podłużnej stateczności modelu wyrobu "Grom-M".



Rys. 10.3. Fotografia bloku sterów pocisku rakietowego.

W ramach realizacji zadania wykonano:

- 1. Analizę środków technicznych realizacji produkcji wyrobu Grom-M;
- 2. Badanie wpływu elementów konstrukcji modelu wyrobu Grom-M na jego charakterystyki aerodynamiczne.

W ramach analizy konstrukcji bloku sterów dokonano podziału elementów pod względem możliwości ich wykonawstwa obróbką skrawaniem, przeróbką plastyczną, metodą przetwórstwa tworzyw sztucznych. Zakwalifikowano następujące techniki przeróbki plastycznej jako podstawowe podczas wytwarzania detali do bloku sterów. Stosowane są techniki wykrawania, tłoczenia, przetłaczania, wyoblania, gięcia zwijania sprężyn, obróbka cieplna i spawanie.

Opracowano dwa albumy konstrukcyjne. Opracowane albumy zawierają rysunki z informacjami uzupełniającymi na temat: schematu elektrycznego, sposobu łączenia bloku sterów z pozostałymi zespołami pocisku GROM oraz informacjami odnośnie konstrukcji zespołów adaptowanych do opracowywanego bloku sterów i ich rozmieszczenia (złącz elektrycznych, destabilizatora, mechanizmu rozkładania i składania sterów, prochowego silnika sterującego).

## 11. Kamery termowizyjne z matrycowymi detektorami mikrobolometrycznymi i fotonowymi w zastosowaniach

## 11.1. Wstęp

W Zakładzie Techniki Podczerwieni i Termowizji w latach 2010-2013 opracowano, przebadano i wdrożono do produkcji kilka nowoczesnych i oryginalnych urządzeń termowizyjnych. Urządzenia powstały w ramach prowadzonych projektów celowych, prac rozwojowych i prac umownych [P8, P15, P16, P17, P39, P42]. Opracowane urządzenia termowizyjne (celowniki, kamery, lornetki) były demonstrowane przedstawicielom MON i MSWiA oraz prezentowane na wystawach i publikowane w czasopismach krajowych.

Ponadto oprócz nowych opracowań urządzeń termowizyjnych opracowano szereg nowatorskich metod pomiarowych oraz stanowisk badawczych [A50, A114, B5, B13, B20, B38, B53, B55, B56, C57, C62, C63].

W ramach projektu OPTOLAB Zakład wyposażono w nowoczesną aparaturę pomiarową (kamery termowizyjne, spektroradiometry, precyzyjne wzorce promieniowania podczerwonego) oraz aparaturę technologiczną (aparatura MRF do precyzyjnego polerowania soczewek, aparatura do nanoszenia warstw diamentopodobnych DLC).

W Zakładzie prowadzone są także prace w zakresie zastosowania termowizji w badaniach środowiska, w medycynie, w kryminalistyce i w wojsku [A76, B19, B29, B58, B59, B63, C9, C10, C30, C31, C32, C34, C61, C62, C62, C64].

## 11.2. Termowizyjny celownik strzelecki

Celownik termowizyjny (rys. 11.1) jest przeznaczony do obserwacji oraz prowadzenia ognia z broni ręcznej i zespołowej o kalibrze do 12.7 mm włącznie, w dowolnej porze dnia i nocy, bez względu na warunki oświetlenia, a także przy niekorzystnych warunkach atmosferycznych (lekka mgła, zadymienie).



Rys. 11.1. Celownik termowizyjny strzelecki

W konstrukcji celownika można wyróżnić następujące zasadnicze zespoły: obiektyw (specjalny dla zakresu podczerwieni), matryca detektorów podczerwieni, elektroniczne układy odczytu i przetwarzania obrazu, układy sterowania i zasilania oraz monitor.

Rys. 11.2. Zdjęcie zespołu detekcyjnego celownika termowizyjnego – widoczna matryca detektorów mikrobolometrycznych



Najważniejszym i najbardziej technologicznie zaawansowanym elementem celownika jest matryca detektorów mikrobolometrycznych. W celowniku zastosowano matrycę firmy ULIS (Francja) o wymiarach 384x288 detektorów, co w sumie daje 110592 detektory podczerwieni (rys. 11.2). Rozdzielczość termiczna celownika wynosi 0,07 stopnia Celsjusza, a rozdzielczość geometryczna 0,35 mrad. To dzięki tak małej rozdzielczości geometrycznej uzyskuje się możliwość wykrycia człowieka znajdującego się w odległości ponad 1300m.

Miniaturyzacja elektronicznych układów odczytu i przetwarzania obrazu oraz ograniczenie poboru mocy ze źródła zasilania możliwa była dzięki zastosowaniu najnowszych mikroprocesorów, pamięci i układów programowalnych. Technologicznie zaawansowanym zespołem celownika jest elektroniczny układ odczytu i przetwarzania obrazu, którego uproszczony schemat funkcjonalny przedstawiono na rys. 11.3, a na rys. 11.4 zdjęcie wykonanego zespołu.



Rys. 11.3. Uproszczony schemat funkcjonalny zespołu odczytu i przetwarzania obrazu do celownika termowizyjnego



Rys. 11.4. Zdjęcie wykonanego zespołu odczytu i przetwarzania obrazu do celownika termowizyjnego (widok płytki od strony elementów)

Następnym technicznie zaawansowanym zespołem celownika termowizyjnego jest moduł wizualizacji zbudowany z wyświetlacza z OLED. Wyświetlacz OLED to matryca 852x600x3 świecących elementów organicznych (podobnych do diod luminescencyjnych). W układzie wyświetlacza znajdują się również wzmacniacze oraz układy zapewniające komunikację – interfejs współpracy z układami zewnętrznymi VESA lub SMPTE-170M. Sygnały wideo RED, BLUE oraz impulsy synchronizacji linii (HS) i ramki (VS) są generowane przez moduł odczytu i cyfrowego przetwarzania obrazów. Na rys. 11.5. przedstawiono zdjęcie zespołu wizualizacji z okularem i osłoną.



Rys. 11.5. Moduł wizualizacji – widoczna płytka elektroniki z wyświetlaczem OLED, elementy mechaniczne, okular i klawisz wyłącznika głównego

Celownik zasilany jest z niskoszumnego zasilacza, który dostarcza odpowiednich napięć do modułu cyfrowego, wyświetlacza i matrycy detektorów mikrobolometrycznych (rys. 11.6)



Rys. 11.6. Zdjęcie płytki zasilacza do celownika termowizyjnego

Szczegółowe wyniki badań modelu zamieszczono w sprawozdaniach z projektu celowego nr 296/BO/A (sprawozdania dostępne w IOE WAT). Poniżej zamieszczono wybrane wyniki pomiarów oraz zdjęcia stanowisk badawczych, które stosowano w czasie badań modelu i prototypu celownika.



Rys. 11.7. Stanowisko pomiarowe do analizy poprawności działania układów elektronicznych celownika termowizyjnego



Rys. 11.8. Oscylogram sygnałów analogowych i cyfrowych dla poszczególnych linii matrycy mikrobolometrycznej UL 03 04 1



Rys. 11.9. Oscylogram szumu napięcia UFID w paśmie 1 Hz – 1 kHz



Rys. 11.10. Stanowisko laboratoryjne z czterema ciałami czarnymi do testowania i kalibracji matrycy mikrobolometrycznej celownika



Rys. 11.11. Stanowisko laboratoryjne z dwoma ciałami czarnymi i układem kolimatora do dwupunktowej korekcji NUC celownika

Częstość przestrzenna [mrad <sup>-1</sup> ]	MRTD [°C]	MRTD [°C]	MRTD [°C]	MRTD <sub>ave</sub> [°C]
0.41	0.16	0.14	0.13	0.14
0.61	0.22	0.21	0.21	0.21
0.81	0.31	0.28	0.29	0.29
1.22	0.39	0.38	0.38	0.38
1.42	0.48	0.49	0.48	0.48

Tabela 11.1. Wyniki pomiarów charakterystyki MRTD modelu celownika z obiektywem 6 x 8



Rys. 11.12. Uzyskany celownikiem obraz termowizyjny grupy ludzi i samochodów (odległość do grupy ludzi 160 m, teren WAT, styczeń 2010)

## 11.3. Kamera termowizyjna z matrycą detektorów fotonowych zakresu LWIR

Do kamery termowizyjnej, która może znaleźć zastosowanie w systemach kierowania ogniem wybrano detektor długofalowy (LWIR), chłodzony typu HgCdTe firmy Sofradir o wymiarach 384x288 pikseli o nazwie handlowej Venus. Pojedynczy detektor tej matrycy ma wymiary 25x25 µm, układ chłodzenia detektora zapewnia chłodziarka Stirlinga typu K508 (firmy Rico Izrael) będąca typem rotacyjnej pompy chłodzącej. Na rys. 11.13 przedstawiono widok detektora i jego widmową charakterystykę.



Rys. 11.13. Detektor Venus LWIR 384x288 pikseli firmy Sofradir (Francja) oraz jego charakterystyka widmowa

Detektor Venus pracuje w zakresie dalekiej podczerwieni a jego maksimum czułości przypada na długość fali 8.2 µm. Jako filtru optycznego użyto okna germanowego z naparowaną warstwą AR i naniesionym filtrem typu cut-off odcinającym promieniowanie na długości fali 10.5 µm oraz tzw. chłodzonej przesłony wraz z filtrem optycznym typu cut-on odcinającym promieniowanie poniżej

7.5 µm. Moduł przetwarzania sygnału z detektora Venus jest oparty na płytce EASYLINK, której głównym zadaniem jest odczytanie sygnałów z detektora i przetworzenie ich na 14-bitowy sygnał cyfrowy. Na rys. 11.14 przedstawiono schemat blokowy układu przetwarzania sygnału z detektora Venus oraz systemu sterowania i cyfrowego przetwarzania obrazu i zespołu sterowania zasilania układem chłodzenia detektora. Do kamery termowizyjnej zastosowano układ EASYLINK, który posiada własny generator umożliwiający wybranie częstotliwości pracy detektora, można wybrać częstotliwość odczytu sygnału analogowego z detektora: 10 MHz, 5 MHz, 2.5 MHz lub 1.25 MHz.



Rys. 11.14. Uproszczony schemat blokowy kamery termowizyjnej d detektorem VENUS

Aby lepiej zademonstrować złożoność kamery termowizyjnej z detektorem fotonowym LWIR na rys. 11.15 przedstawiono wybrane przekroje kamery.



Rys. 11.15. Widok przekrojów kamery termowizyjnej z matrycowym detektorem LWIR VENUS

Detektor matrycowy VENUS o rozdzielczości 384×288 pikseli firmy SOFRADIR (Francja) charakteryzuje się wysokimi parametrami technicznymi. Pomimo ciągłego unowocześniania technologii wytwarzania detektorów MCT (Mercury Cadmium Telluride), wykonanie matrycy zawierającej ponad 100 tys. detektorów o identycznych parametrach jest nadal trudne. W rezultacie

obraz generowany przez detektor VENUS musi być poddany odpowiedniej korekcji zanim zostanie wyświetlony na monitorze ekranowym.

Ponieważ charakterystyka detektora jest prawie liniowa (wsp. liniowości > 97 %) w zakresie zmian strumienia promieniowania IR od 10 % do 90 %, to do korekcji niejednorodności charakterystyk detektorów w matrycy wystarczy użyć algorytmu korekcji dwupunktowej TPC (two-point correction), aby uzyskać dobrej jakości obraz. Skuteczność korekcji jest wysoka, gdy dynamika obserwowanej sceny leży w zakresie liniowym charakterystyki detektora. Przykład otrzymanego obrazu termicznego uzyskanego za pomocą opracowanej kamery termowizyjnej (po korekcji dwupunktowej) przedstawiono na rys. 11.16.



Rys. 11.16. Przykładowy obraz termiczny uzyskany za pomocą kamery termowizyjnej z matrycą fotonowych detektorów podczerwieni

## 11.4. Lornetka obserwacyjno-pomiarowa z dalmierzem laserowym bezpiecznym dla oka, kamerą termowizyjną, odbiornikiem GPS i kompasem elektronicznym

Lornetkę opracowano w ramach projektu celowego nr 350/BO/A, którego głównym zadaniem było opracowanie i wdrożenie do produkcji lornetki obserwacyjno-pomiarowej z dalmierzem laserowym bezpiecznym dla oka, kamerą termowizyjną, odbiornikiem GPS i kompasem elektronicznym, przy czym obserwacyjna kamera termowizyjna klasyfikowana jest przez czołowych producentów światowych jako kamera III generacji.

Opracowana lornetka była demonstrowana przedstawicielom MON i prezentowana na MSPO 2010 w Kielcach, a wybrane wyniki badań opublikowano w czasopismach krajowych i prezentowano na konferencjach międzynarodowych [A114, B23, B38, B53, C11, C60]

Lornetka obserwacyjno-pomiarowa jest przeznaczona głównie dla wojsk rozpoznania. Umożliwia obserwację i pomiar współrzędnych celu w dowolnej porze dnia i nocy, bez względu na warunki

oświetlenia, a także przy niekorzystnych warunkach atmosferycznych (lekka mgła, zadymienie). Schemat lornetki przedstawiono na rys. 11.17, natomiast zdjęcie wykonanej lornetki na rys. 11.18.



Rys. 11.17. Uproszczony schemat funkcjonalny lornetki obserwacyjno-pomiarowej



Rys. 11.18. Zdjęcie opracowanej lornetki obserwacyjno-pomiarowej

W konstrukcji lornetki można wyróżnić następujące zasadnicze zespoły: kamera termowizyjna z matrycą mikrobolometrycznych detektorów podczerwieni, kamera dzienna z obiektywem o regulowanym kącie obserwacji, kompas elektroniczny, moduł GPS, elektroniczne układy odczytu i przetwarzania obrazu, układy sterowania i zasilania oraz wyświetlacz obserwowany na dwuocznym okularze.

Najbardziej technologicznie zaawansowanym elementem lornetki jest matryca detektorów mikrobolometrycznych firmy ULIS (Francja) o wymiarach 384x288 detektorów, co w sumie daje 110592 detektory podczerwieni. Rozdzielczość termiczna kamery termowizyjnej wynosi 0,05 stopnia Celsjusza, a rozdzielczość geometryczna 0,33 mrad. Dzięki tak małej rozdzielczości geometrycznej i termicznej uzyskuje się możliwość wykrycia (zgodnie z procedurą STANAG 4347) standardowego celu NATO (2,3 m x 2,3 m,  $\Delta$ T=2K) w odległości ponad 7000 m, a zasięg rozpoznania w odległości 2500 m.

W torze obserwacji dziennej (kamera wideo CMOS ¼") są trzy kąty pola widzenia kamery i dla najmniejszego kąta (20 x 1,50) wykrycie standardowego celu NATO zgodnie z procedurą STANAG 4351 (dla kontrastu 15% i widzialności 16 km), wynosi około 10 km.

Lornetkę wyposażono w miniaturowy dalmierz laserowy bezpieczny dla oka o zasięgu 2500 m. Miniaturyzacja dalmierza możliwa była poprzez zastosowanie soczewek asferycznych w torze odbiorczym i nadawczym oraz zastosowanie metody synchronicznego sumowania sygnałów.

Miniaturyzację elektronicznych układów odczytu i przetwarzania obrazu oraz ograniczenie poboru mocy ze źródła zasilania uzyskano poprzez zastosowanie najnowszych mikroprocesorów, pamięci i układów programowalnych.



Rys. 11.19. Widok rozmieszczenia głównych zespołów lornetki obserwacyjno-pomiarowej



Rys. 11.20. Widok rozmieszczenia głównych zespołów lornetki obserwacyjno-pomiarowej (kolorem żółtym oznaczono moduł zasilania lornetki, kolorem czerwonym zespół elektronicznego sterowania i przetwarzania danych, kolorem zielonym zespoły elektroniczne - w środkowej części rysunku widoczny obiektyw kamery termowizyjnej z szarym pierścieniem do regulacji ostrości obrazu)

Zespoły elektroniczne lornetki obserwacyjno pomiarowej zostały wykonane na wielowarstwowych płytkach drukowanych. Zespoły zasilania, sterowania silnikami obiektywu kamery wideo, moduł kompasu i moduł odbiornika GPS zostały wykonane na płytkach czterowarstwowych. Zespół detekcyjny kamery termowizyjnej ( z matrycą detektorów mikrobolometrycznych) wykonano na płytce sześciowarstwowej. Najbardziej zaawansowanym technologicznie zespołem jest zespól przetwarzania obrazów z kamery termowizyjnej i kamery wideo. Zespoły te są wykonane na płytkach
dziesięciowarstwowych. Poniżej zdjęcie głównych zespołów elektronicznych lornetki obserwacyjnopomiarowej.



Rys. 11.21. Zdjęcie głównych zespołów elektronicznych lornetki (w części środkowej widoczna matryca mikrobolometryczna). Na zdjęciu nie ma układów elektronicznych dalmierza laserowego

Zdjęcie wykonanego modułu dalmierza laserowego przedstawiono na rys. 11.22. W odbiorniku i nadajniku zastosowano soczewki asferyczne co pozwoliło na miniaturyzację dalmierza.



Rys. 11.22. Zdjęcie wykonanego prototypu dalmierza laserowego – na pierwszym planie układ przetwarzania sygnałów i obliczania odległości

Kamera termowizyjna lornetki jest zespołem najbardziej zaawansowanym technicznie i technologicznie. Do zapewnienia poprawnej pracy kamery niezbędne są badania i pomiary wielu parametrów, zarówno parametrów poszczególnych układów elektronicznych kamery jak i kalibracja całości urządzenia. Do najważniejszych pomiarów należą pomiary przebiegów układów cyfrowych, pomiary parametrów szumowych układów analogowych, korekcja niejednorodności detektorów matrycy oraz wyznaczanie charakterystyki MRTD kamery termowizyjnej, z której określa się zasięgi wykrywania, rozpoznania i identyfikacji celów.

Układ matrycy mikrobolometrycznej typu UL 03 19 1 firmy ULIS wymaga dostarczenia szeregu sygnałów synchronizujących oraz sterujących pracą wewnętrznych układów odczytu sygnału z detektorów.

W celu przebadania parametrów powyższych sygnałów opracowano specjalne stanowiska laboratoryjne. Przykładowo na stanowisku (rys. 11.23) badano za pomocą oscyloskopu parametry sygnałów cyfrowych takie jak parametry zbocza sygnału, stałość częstotliwości.



Rys. 11.23. Stanowisko laboratoryjne do pomiaru i analizy sygnałów cyfrowych kamery termowizyjnej za pomocą oscyloskopu



Rys. 11.24. Przykładowy oscylogram przebiegów sygnałów sterujących matrycą mikrobolometryczną MC (żółty), INT (niebieski) i RESET (fioletowy)

Na oscylogramie (rys. 11.24,) zestawiono przebiegi trzech sygnałów sterujących kolejno oznaczone kolorami żółtym – sygnał MC, niebieskim sygnał INT oraz fioletowym sygnał RESET. Dokonano podstawowych pomiarów czasowych tych sygnałów takich jak częstotliwość sygnału zegarowego. Częstotliwość sygnału zegarowego MC wyniosła 3,693MHz. Z tym sygnałem zegarowym stowarzyszone są pozostałe sygnały sterujące INT i RESET.



Rys. 11.25. Przykładowy oscylogram z analizą parametrów zboczy sygnałów sterujących matrycą mikrobolometryczną MC (żółty), INT (niebieski) i RESET (fioletowy)

Szczegółowa analiza sygnałów cyfrowych pozwoliła na określanie takich parametrów jakości sygnałów jak czas narastania zbocza sygnału (Rise time) oraz przekroczenia poziomu sygnału (Overshot) zarówno dla sygnałów zegarowego jak i pozostałych sygnałów sterujących. Na oscylogramie (rys. 11.25) widoczny jest pomiar tych parametrów dla sygnału zegarowego MC – kolor

żółty oraz resetu RESET – kolor fioletowy. Czas narastania sygnału zegarowego MC wynosi 1,78 ns i mieści się w zakresie dopuszczalnym dla matrycy mikrobolometrycznej ULIS. Dla sygnału resetu parametr wynosił 6,89ns.



Rys. 11.26. Przykładowy oscylogram z analizą parametrów sygnału zegarowego MC matrycy mikrobolometrycznej kamery termowizyjnej

Osiągnięte parametry techniczne lornetki nie odbiegają od najnowocześniejszych rozwiązań lornetek produkowanych przez czołowe firmy światowe. Opracowana lornetka ma stosunkowo małą masę i długi czas pracy w stosunku do innych podobnych lornetek. Cechą znamienną lornetki jest sposób załączania monitora (czujnik dotykowy) tak, aby twarz obserwatora nie była oświetlana

### 11.5. Kamera termowizyjna z matrycą detektorów fotonowych zakresu MWIR

Kamerę opracowano w ramach projektu rozwojowego nr O R00 0026 08 [P16]. W projekcie przyjęto, że kamera termowizyjna będzie zbudowana z matrycy chłodzonych detektorów podczerwieni wykonanych z HgCdTe, gdyż podstawową zaletą tych detektorów jest bardzo wysoka czułość termiczna wynosząca od 0,015 <sup>o</sup>C do 0,025 <sup>o</sup>C. Wytypowano i zakupiono detektor Epsilon firmy Sofradir (Francja).

Matrycowy detektor podczerwieni Epsilon MW K562S F/3 jest detektorem chłodzonym kriogenicznie, przeznaczonym do pracy w średniofalowym zakresie podczerwieni MWIR (medium-wavelength infrared). Detektor jest wykonany w technologii hybrydowej MCT, jego liczba detektorów wynosi 384 x 288 pikseli, a rozdzielczość termiczna 15 mK.

W celu uzyskania dużej czułości detektor jest chłodzony (w obiegu zamkniętym, przez tzw. chłodziarkę Stirlinga) do temperatury około minus 170 stopni Celsjusza. Widmowy zakres pracy detektora wybrano w przedziale 3÷5 µm, gdyż w zakresie tym pracuje wiele militarnych systemów obserwacyjnych oraz optoelektroniczne głowice śledzące rakiet przeciwlotniczych.

Uproszczony schemat funkcjonalny (bez zespołu obiektywu) opracowanej kamery termowizyjnej z matrycą detektorów fotonowych zamieszczono na rys. 11.27.



Rys. 11.27. Uproszczony schemat funkcjonalny bloku elektronicznego kamery termowizyjnej z matrycą fotonowych detektorów podczerwieni zakresu MWIR

Matryca detektorów jest zasilana i sterowana poprzez zespół Epsilink. Sygnały odebrane z detektora są poprzez układ deserializera przekazywane do bloku przetwarzania sygnałów, a następnie do wyjścia obrazu na monitor zewnętrzny. Zewnętrzne zasilanie kamery wynosi 24 wolty a zasilacz wewnętrzny wypracowuje wszystkie napięcia do zasilania poszczególnych bloków kamery w tym do zasilania silnika chłodziarki.Głównym zespołem kamery termowizyjnej jest zespół detekcyjny (rys. 11.28) z matrycą detektorów fotonowych i układami sterowania i zasilania.

Rys. 11.28. Zdjęcie wykonanego zespołu detekcyjnego do kamery termowizyjnej z detektorem fotonowym (po prawej stronie widoczny układ zasilania chłodziarki Stirlinga, po stronie lewej moduł Epsilink do zasilania i sterowania matrycą detektorów)



Ogólny widok wykonanej kamery termowizyjnej przedstawiono na rys. 11.29, na którym widoczne są wszystkie główne zespoły kamery.



Rys. 4. Projekt i zdjęcie modelu wykonanej kamery termowizyjnej z matrycą detektorów fotonowych MWIR.

Do kamery opracowano obiektyw z układem czterosoczewkowym z elementami o powierzchniach sferycznych. Obiektyw zaprojektowano na zakres widmowy 3÷5 µm. Na rys. 11.30 przedstawiono widok i rozmieszczenie soczewek obiektywu.



Rys. 11.30. Przekrój obiektywu do kamery termowizyjnej pracującej w zakresie widmowym 3÷5 μm (konfiguracja soczewek dla f= 50 mm)

Soczewki 1 i 4 są wykonane z krzemu a soczewki 2 i 3 z germanu. Obiektyw jest konstrukcją dwupołożeniową, która pozwala na zmianę odległości ogniskowej i odpowiadającego jej pola widzenia poprzez wyprowadzenie elementów 3 i 4 poza zarys wiązki.



Rys. 11.31. Projekt i zdjęcie wykonanego obiektywu podczerwieni o dwóch kątach pola widzenia

Najistotniejszym i technologicznie zaawansowanym modułem kamery jest zespół cyfrowego sterowania przetwarzania obrazu, który składa się z dwóch płytek zamocowanych na płytce dostarczającej zasilanie i umożliwiającej podłączenie zasilacza, złącz do sterowania obiektywem i przesłoną kalibracyjną oraz wyjścia wideo. Zdjęcie wykonanego zespołu przedstawiono na rys. 11.32.



Rys. 11.32. Zdjęcie zespołu cyfrowego sterowania i przetwarzania obrazu (w górnej części widoczne złącze do podłączenia deserializera, na dole po lewej złącze do sterowania obiektywem, po prawej złącze sygnału video) W związku z koniecznością uzyskania względnie dużej wydajności oraz zrównoleglenia operacji przetwarzania obrazu do realizacji modułu sterowania i cyfrowego przetwarzania obrazu został zastosowany układ FPGA EP2C35F672 firmy ALTERA. Układ ten zapewnia znaczną wydajność przetwarzania przy względnie niewielkim zapotrzebowaniu energetycznym. Zastosowany układ posiada dużą liczbę portów IO, 33 216 elementów logicznych (LEs), 483 840 bitów pamięci RAM, cztery układy PLL umożliwiające wygenerowanie odpowiednich przebiegów czasowych, 35 wbudowanych układów mnożących (sprzętowych multiplikatorów). Należy podkreślić, że sprzętowe multiplikatory znajdujące się w wybranym układzie FPGA pozwalają na zaprojektowanie bloków funkcjonalnych wykonujących złożone obliczenia matematyczne z bardzo dużą szybkością, przy jednocześnie niewielkim zapotrzebowaniu na zasoby logiczne i przy względnie niedużym poborze energii. W układzie FPGA zaimplementowano następujące moduły służące do przetwarzania obrazu w czasie rzeczywistym: moduł odczytu matrycy detektorów, moduł NUC, moduł korekcji wadliwych pikseli, moduł przetwarzania obrazu, moduł wyświetlania obrazu.

Matryca detektorów Epsilon wykonana z HgCdTe charakteryzuje się pewną niejednorodnością odpowiedzi poszczególnych detektorów dla takiej samej mocy padającego promieniowania podczerwonego (IR). Efektem niejednorodności jest występowanie w obrazie generowanym przez matrycę tzw. stałego wzoru szumu FPN (fixed pattern noise) i w rezultacie pogorszenie wartość przestrzennej rozdzielczości temperaturowej spatial NETD kamery termowizyjnej.

W celu kompensacji niejednorodności odpowiedzi matrycy detektorów IR stosuje się różne metody korekcji NUC (nonuniformity correction). Najczęściej są stosowane metody polegające na cyfrowym przetwarzaniu sygnału generowanego przez matrycę. Odpowiednie dane do korekcji tzw. współczynniki NUC są wyznaczane podczas kalibracji kamery z użyciem źródeł jednorodnego promieniowania IR.

Stanowisko do wyznaczania współczynników korekcji niejednorodności (rys. 11.33) składa się z dwóch precyzyjnych (wysokostabilnych) ciał czarnych, stolika obrotowego na którym umieszczona jest kamera termowizyjna oraz odpowiedniego oprogramowania do rejestracji sygnałów z matrycy detektorów.



Rys. 11.33. Stanowisko do wyznaczania współczynników korekcji dwupunktowej NUC

Pomiary rozdzielczości temperaturowej NETD kamery termowizyjnej wykonano na stanowisku pomiarowym METS-S-12. Stanowisko to składa się z: kolimatora podczerwieni, wzorca promieniowania podczerwieni, sterownika wzorca promieniowania, obrotowej tarczy z zestawem testów, komputera wraz z kartą video i specjalistycznym oprogramowaniem (rys. 11.34, rys. 11.35). Zmierzona wartość rozdzielczości termicznej kamery wynosi 21 mK.



Rys. 11.34. Schemat stanowiska (bez bloku sterowania i komputera) do pomiarów parametrów kamer termowizyjnych (stanowisko firmy CI-Systems)



Rys. 11.35. Kamera termowizyjna na stanowisku do pomiarów parametrów kamer termowizyjnych (stanowisko firmy CI-Systems)

### 11.6. Lokalizacja i wykrywanie strzelca wyborowego (snajpera)

W ramach projektu SNIPOD analizowano i badano możliwość detekcji snajpera zarówno przed jak i po wystrzale, wykorzystując zjawiska fizyczne towarzyszące działaniom snajpera. Głównym celem projektu "Lokalizacja i Wykrywanie Snajpera (SNIPOD)" "CollectiveSurvivability (A-0223-RT-GC)", kontrakt numer: A-0376-RT-GC w programie "Defence R&T Joint Investment Programme on Force Protection

(A-0120-RT-GC)"finansowanym przez Europejską Agencją Obrony było opracowanie koncepcji systemu efektywnego wykrywania snajperów w warunkach konfliktów asymetrycznych, ze szczególnym uwzględnieniem działań w terenie zurbanizowanym. Osiągnięcie celu wymagało analizy istniejących technik detekcji (głównie elektro-optycznych i akustycznych), określenie ich ograniczeń oraz weryfikację możliwości zastosowania nowych, zmodernizowanych czujników (w tym rozwiązań niekonwencjonalnych) oraz technik detekcji alternatywnych i komplementarnych do obecnie stosowanych.

Uczestniczące w projekcie firmy CILAS (Francja) i SNIPOS (Norwegia) posiadają już w swojej ofercie urządzenia wykrywające snajpera. Firmy EADS IW (Francja), FOI (Szwecja), WAT i EADS DE (Niemcy) mają doświadczenia w badaniu technologii wykrywania oraz dysponują własnymi

prototypami urządzeń. Udział IOE WAT w projekcie dostarczył konsorcjantom praktycznej wiedzy na temat potrzeb końcowego użytkownika oraz możliwości i ograniczeń aktualnie stosowanych urządzeń.

Powiązane z wystrzałem z broni palnej zjawiska, które można wykryć w zakresie promieniowania podczerwonego to błysk wystrzału (ang. muzzleflash) oraz ślad termiczny lecącego pocisku. Błysk wystrzału jest termiczną sygnaturą zjawisk towarzyszących wystrzeleniu pocisku z lufy. Kamera termowizyjna wykrywa skutecznie błysk wystrzału z odległości ponad 1 km. Przewagę kamery termowizyjnej nad kamerą wideo widać doskonale na rys. 11.36.



Rys. 11.36. Sygnatury snajpera: w zakresie widzialnym i w podczerwieni

Sygnatura lecącego pocisku posiada z reguły znacznie mniejszy rozmiar kątowy od błysku wystrzału jednak wykrycie jej za pomocą kamery termowizyjnej jest możliwe z uwagi na wyższą temperaturę. Najlepiej do tego celu nadaje się z zakres średniofalowy MWIR (3-5  $\mu$ m), ale kamery pracujące w zakresie długofalowym LWIR (8-10  $\mu$ m) są również w stanie zarejestrować takie sygnatury.

Z przeprowadzonych badań i analiz wynika, że w przypadku optycznej detekcji zjawisk typu wybuchowego (takich jak błysk wystrzału) optymalny zakres widmowy pracy urządzenia detekcyjnego (pokrywający strzały z broni strzeleckiej, z moździerzy i rakietowych granatników przeciwpancernych) to 2,5–4,5 µm, dlatego, też najczęściej stosowane są urządzenia średniej podczerwieni MWIR. W tym zakresie widmowym problemem są zakłócenia spowodowane promieniowaniem słonecznym. Wykrycie błysku wystrzału wymaga krótkiego czasu reakcji i szybkiego skanowania, znacznie szybszego niż 30 lub 60 Hz stosowanego w standardowych kamerach podczerwieni. Standardowa kamera nie jest dostatecznie szybka, by zarejestrować strzał, który trwa ok. 2 milisekundy. Dodatkowo wymagane jest zarówno odpowiednio szerokie pole widzenia, konieczne do skanowania otoczenia jak i rozdzielczość niezbędna do precyzyjnej lokalizacji miejsca oddania strzału (pozycji snajpera). Sygnatury strzału były rejestrowane w zakresach widmowych 3-5 µm i 8-12 µm w czasie pomiarów przeprowadzonych w IOE WAT zarówno w warunkach laboratoryjnych, jak i poligonowych. W czasie badań zarejestrowano strzały z następujących typów broni: 7.62 mm kbk AK, 5.56 mm kbk BERYL 96 i 7.62 mm SWD.



Rys. 11.37. Sygnatury wystrzału w zakresie podczerwieni, zarejestrowane podczas pomiarów w IOE WAT

Sygnatury były rejestrowane w zakresach spektralnych  $3-5 \mu m$  i  $8-12 \mu m$  podczas sesji pomiarowych prowadzonych na poligonach w WAT, w Szwecji oraz w Norwegii.

Na podstawie zarejestrowanych termogramów oraz przeprowadzonej analizy uzyskanych danych zaproponowano wymagania na kamerę termowizyjną, którą można użyć w wieloczujnikowym systemie do wykrywania strzelca wyborowego. Brano pod uwagę urządzenia pracujące w zakresach MWIR i LWIR, wyposażone w chłodzone i niechłodzone matrycowe detektory podczerwieni.



Projekt urządzenia (rys. 11.38) został opracowany przez członka Konsorcjum FOI (zgodnie z kontraktem EDA) i wykonany w postaci demonstratora technologii, który został sprawdzony podczas testów poligonowych przeprowadzonych w Norwegii.

W projekcie badano również metodę polegającą na wykrywaniu celowniczych przyrządów optycznych metodami laserowymi (rys. 11.39). Urządzenie tego typu skanuje przestrzeń za pomocą wiązki laserowej. Wiązka odbija się od elementów optycznych, wskazując ich położenie w przestrzeni. Wykrycie snajpera za pomocą tej metody jest możliwe tylko w przypadku, gdy układ optyczny celownika znajduje się w bezpośrednim polu widzenia czujnika rejestrującego odbite promieniowanie laserowe. Identyfikacja rodzaju zagrożenia jest przeprowadzana na podstawie porównania charakterystycznych cech odbitej wiązki ze wzorcami (sygnaturami przyrządów optycznych). Dzięki temu można odróżnić celowniczy przyrząd optyczny od np. okularów.



Rys. 11.39. Idea działania systemu aktywnego wykrywającego lunetę celowniczą używaną przez snajpera

W celu praktycznej weryfikacji przyjętych założeń oraz testowania zastosowanych urządzeń przeprowadzono cykl badań w sierpniu 2010 roku na terenie poligonu armii norweskiej. W testach poligonowych odtworzono sytuacje operacyjnego użycia systemu wykrywania snajpera przedstawione w założonych scenariuszach działania.

Załącznik nr 1.

### Wykaz publikacji Instytutu Optoelektroniki w latach 2010-2012

### A. Artykuły naukowe

### A1. Artykuły z listy A wg MNiSW

/nr publ./lista autorów/ tytuł publikacji / nazwa czasopisma / tom / nr stron/ rok /punkty MNiSW/nr ISSN

A1. M. Nowak, M. Kotyczka-Morańska, P. Szperlich, Ł. Bober, M. Jesionek, M. Kępińska, D. Stróż, J. Kusz, J. Szala, G. Moskal, T. Rzychoń, J. Młyńczak, K. Kopczyński, , 'Using of sonochemically prepared components for vapor phase growing of SbI3·3S8 ', Ultrasonics Sonochemistry, 17, 892-901, 2010, 45, 1350-4177.
A2. A. Bartnik, H. FIEDOROWICZ, P. W. Wachulak, , ' Sub-70 nm resolution tabletop

microscopy at 13.8 nm using a compact laserplasma EUV source ', OPTICS LETTERS, 35, 2337-2339, 2010, 32, 0146-9592.

A3. A. Bombalska, B. Budner, S. Burdyńska, M. KWAŚNY, W. MRÓZ, A. PROKOPIUK, M. Jedyński, E. Menaszek, A. Niedzielska, K. Niedzielski, A. Ścisłowska-Czarnecka, ' Comparative study of hydroxyapatite and octacalcium phosphate coatings deposited on metallic implants by PLD method ', APPLIED PHYSICS A-MATERIALS SCIENCE & PROCESSING, 101, 713-716, 2010, 24, 0947-8396.

A4. K. E. JACH, J. MARCZAK, R. Świerczyński, ,' Numerical modeling of laser-matter interaction in the region of low laser parameters ', APPLIED PHYSICS A-MATERIALS SCIENCE & PROCESSING, 100(3), 725-731, 2010, 24, 0947-8396.

A5. J. MARCZAK, A. Rycyk, M. STRZELEC, E. Fortuna, H. Garbacz, A. Koss, K.J. Kurzydłowski, J. Mróz, A. Zatorska, 'Laser cleaning of copper roofing sheets subjected to long-lasting environmental corrosion', APPLIED PHYSICS A-MATERIALS SCIENCE & PROCESSING, 100(3), 693-701, 2010, 24, 0947-8396.

A6. A. Bartnik, H. FIEDOROWICZ, R. Jarocki, J. KOSTECKI, M. Szczurek, A. Biliński, O. Chernyayeva, J. Sobczak, ' Physical and chemical modifications of PET surface using a laserplasma EUV source', APPLIED PHYSICS A-MATERIALS SCIENCE & PROCESSING, 99, 831, 2010, 24, 0947-8396.

A7. A. Bartnik, H. FIEDOROWICZ, R. Jarocki, J. KOSTECKI, M. Szczurek, ,' PMMA and FEP surface modifications induced with EUV pulses in two selected wavelength ranges', APPLIED PHYSICS A-MATERIALS SCIENCE & PROCESSING, 98, 61, 2010, 24, 0947-8396.

A8. A. Bartnik, H. FIEDOROWICZ, M. Fahrner, I. Frischauf, J. Heitz, B. Reisinger, V. Svorcik, S. Yakunin, ' EUV micropatterning for biocompatibility control of PET', APPLIED PHYSICS A-MATERIALS SCIENCE & PROCESSING, 100, 511, 2010, 24, 0947-8396.

A9. A. Bartnik, H. FIEDOROWICZ, R. Jarocki, J. KOSTECKI, A. B. SZCZUREK, P. W. Wachulak, Z. A. ZAWADZKI, T. Feigl, R. Rakowski, P. Rudawski, M. Sawicka, ' A compact, quasi-monochromatic laser-plasma EUV source based on a double-stream gas-puff target at 13.8 nm wavelength ', APPLIED PHYSICS B-LASERS AND OPTICS, 100, 461-469, 2010, 24, 0946-2171.

A10. P. Nyga, U.K. Chettiar, V.P. Drachev, A.V. Kildishev, V.M. Shalaev, V.I.D. Thoreson, ' FDTD Modeling of Realistic Semicontinuous Metal Films ', APPLIED PHYSICS B-LASERS AND OPTICS, 100, 159-168, 2010, 24, 0946-2171.

A11. A. Bartnik, H. FIEDOROWICZ, R. Jarocki, J. KOSTECKI, J. MIKOŁAJCZYK, M. Szczurek, P. W. Wachulak, F. de Gaufridy de Dortan, R. Rakowski, L. Ryc, ' Characterization and optimization of the laser-produced plasma EUV source at 13.5 nm based on a double-stream Xe/He gas puff target ', APPLIED PHYSICS B-LASERS AND OPTICS, 101, 773-789, 2010, 24, 0946-2171.

A12. J. Czwartos, B. Coasne, K. E. Gubbins, M. Śliwińska-Bartkowiak, ' Freezing of Mixtures Confined in Silica Nanopores: Experiment and Molecular Simulation ', JOURNAL OF CHEMICAL PHYSICS, 133, p1-9, 2010, 24, 1674-0068.

A13. L. Gałecki, M. Maciejewska, P. Nyga, W. PICHOLA, M. SKÓRCZAKOWSKI, J. ŚWIDERSKI, T. Bragagna, S. Gross, A. Heinrich, J. Kasprzak, 'Mid-infrared Q-switched Er:YAG laser for medical applications ', LASER PHYSICS LETTERS, 7(7), 498-504, 2010, 24, 1612-2011.

A14. A. Bartnik, H. FIEDOROWICZ, R. Jarocki, J. KOSTECKI, M. Szczurek, P. W. Wachulak, P. Rudawski, 'Water window compact, table-top laser plasma soft X-ray sources based on a gas puff target ', NUCLEAR INSTRUMENTS & METHODS IN PHYSICS RESEARCH SECTION B-BEAM INTERACTIONS WITH MATERIALS AND ATOMS, 268, 1692-1700, 2010, 24, 0168-583X.

A15. P. W. Wachulak, M.C. Marconi, 'Extreme ultraviolet lithography with table top lasers ', PROGRESS IN QUANTUM ELECTRONICS, 34, 173-190, 2010, 24, 0079-6727.

A16. W. MRÓZ, A. Chróścicka, Z. Paszkiewicz, M. Staszewska, A. Ślósarczyk, A. Zima, ' Effects of Mg Additives on Properties of Mg-Doped Hydroxyapatite Ceramics ', Advances in Science and Technology, 76, 60-65, 2010, 20, 1662-0356.

A17. D. W. Podniesiński, J. ŚWIDERSKI, J. Kasprzak, D. Kęcik, M. Kęcik, A. ZAJĄC, ' Procedures of optical control dedicated for laser welding process of biological tissues ', OPTO-ELECTRONICS REVIEW, 18(1), 48-55, 2010, 20, 1230-3402.

A18. P. W. Wachulak, R. A. Bartels, M. C. Marconi, C. Menoni, J. J. Rocca, ' Holographic imaging with a nanometer resolution using compact tabletop EUV laser', OPTO-ELECTRONICS REVIEW, 18(1), 80-90, 2010, 20, 1230-3402.

A19. A. Bombalska, B. Budner, S. Burdyńska, W. MRÓZ, A. PROKOPIUK, M. Jedyński, E. Menaszek, K. Niedzielski, A. Ścisłowska-Czarnecka, A. Ślósarczyk, A Zima, 'Structural studies of magnesium doped hydroxyapatite coatings after osteoblast culture', JOURNAL OF MOLECULAR STRUCTURE, 977, 145-152, 2010, 15, 0022-2860.

A20. A. Bombalska, A. PADZIK-GRACZYK, , ' Influence of photodynamic effect on biological activity of PBR-PP complex ', JOURNAL OF PHOTOCHEMISTRY AND PHOTOBIOLOGY B-BIOLOGY, 98, 159-166, 2010, 15, 1011-1344.

A21. W. PICHOLA, M. SKÓRCZAKOWSKI, J. ŚWIDERSKI, D. Dorosz, ' Ytterbium-doped fiber amplifier with tunable repetition rate and pulse duration ', LASER PHYSICS, 20(8), 1738-1743, 2010, 15, 1054-660X.

A22. L. Gałecki, L. Gorajek, J. K. JABCZYŃSKI, J. KWIATKOWSKI, W. ŻENDZIAN, H. Jelinkova, M. Nemec, J. Sulc, ' Resonatly Pumped, High Peak Power Er:YAG ', LASER PHYSICS, 20(2), 470-473, 2010, 15, 1054-660X.

A23. J. K. JABCZYŃSKI, J. KWIATKOWSKI, W. ŻENDZIAN, H. Jelinkova, M. Nemec, J. Sulc, 'Q-switched Er:YAG lasers resonantly pumped by Erbium fiber laser ', LASER PHYSICS, 20(3), 661-664, 2010, 15, 1054-660X.

A24. J. MARCZAK, A. SÁRZYŃSKI, M. STRZELEC, D. Chmielewska, A. Olszyna, B.
Synowiec, ' Migration of elements in colour layers deposited on a ceramic substrate under the influence of laser treatment', Physics Procedia, 5, 407-415, 2010, 15, 1875-3892.
A25. J. MARCZAK, A. Rycyk, A. SARZYŃSKI, W. SKRZECZANOWSKI, M. STRZELEC, H. Garbacz, A. Koss, J. Mróz, T. Onyszczuk, A. Zatorska, ' Optimized laser cleaning of metal artworks-evaluation of determinants', Physics Procedia, 5, 457-466, 2010, 15, 1875-3892.
A26. J. MARCZAK, A. SARZYŃSKI, W. SKRZECZANOWSKI, M. STRZELEC, Ł. Ciupiński, E. Fortuna-Zaleśna, H. Garbacz, A. Koss, K.J. Kurzydłowski, J. Mróz, T. Onyszczuk, A. Zatorska, G.Z. Żukowska, ' Comparative Laser Spectroscopy Diagnostics for Ancient Metallic Artefacts Exposed to Environmental Pollution', SENSORS-BASEL, 10, 4926, 2010, 15, 1424-8220.
A27. A. Bartnik, H. FIEDOROWICZ, R. Jarocki, A. Szczurek, M. Szczurek, R. Rakowski, ' Microand Nanoprocessing of Polymers Using a Laser Plasma Extreme Ultraviolet Source', ACTA PHYSICA POLONICA A, 117, 384-390, 2010, 10, 0587-4246.

A28. Z. BIELECKI, M. Gutowska, J. MIKOŁAJCZYK, M. NOWAKOWSKI, D. M. SZABRA, W. Gawron, M. Gutowska, R. Paliwoda, J. Pawluczyk, M. Pędzińska, ' Investigation of Free Space Optical Detection Module Operating at the Wavelength Range of 8-12μm', ACTA PHYSICA POLONICA A, 118(6), 1143-1147, 2010, 10, 0587-4246.

A29. K. KOPCZYŃSKI, M. Bebłowska, M. Borecki, Ł. Chudzian, A. Jakubowski, J. Kalenik, M.L.Korwin-Pawlowski, Z. Szczepański, A.J. Szmidt, M. Szmidt, K. Urbańska, ' Capillary Microfluidic Sensor for Determining the Most Fertile Period in Cows ', ACTA PHYSICA POLONICA A, 118, 1093-1099, 2010, 10, 0587-4246.

A30. N. PAŁKA, , ' Spectroscopy of Explosive Materials in the THz Range ', ACTA PHYSICA POLONICA A, 118(6), 1229-1231, 2010, 10, 0587-4246.

A31. A. Bartnik, H. FIEDOROWICZ, P. W. Wachulak, C. Menoni, J.J. Rocca, ' sensor ', ACTA PHYSICA POLONICA A, 117, 403-407, 2010, 10, 0587-4246.

A32. S. Burdyńska, W. MRÓZ, R. Diduszko, J. Hoffman, M. Jedyński, P. Kołodziejczak, T. Moscicki, Z. Szymanski, ' Deposition of thin hydroxyapatite films by 355 nm Nd:YAG laser ablation ', MATERIALS SCIENCE, 28, 2010, 10, 1068-820X.

A33. Z. BIELECKI, J. S. WOJTAS, A. Czyżewski, J. Goss, T. Holc, P. Magryta, P. Perlin, T. Stacewicz, ' Blue tunable laser diodes for trace matter detection ', OPTICA APPLICATA, 40, 641-651, 2010, 10, 0078-5466.

A34. Ł. Gorajek, J. K. JABCZYŃSKI, J. KWIATKOWSKI, J. ŚWIDERSKI, W. ŻENDZIAN, , ' Resonantly pumped acousto-optically Q-switched hybrid Ho:YAG laser ', LASER PHYSICS LETTERS, 8(4), 281-285, 2011, 32, 1612-2011.

A35. A. Bartnik, H. FIEDOROWICZ, J. KOSTECKI, P. W. Wachulak, ' A 50nm spatial resolution EUV imaging-resolution dependence on object thickness and illumination bandwidth ', OPTICS EXPRESS, 19, 9541-9550, 2011, 32, 1094-4087.

A36. B. J. Jankiewicz, J. Choma, D. Jamioła, M. Jaroniec, 'Silica-metal Core-shell Nanostructures ', ADVANCES IN COLLOID AND INTERFACE SCIENCE, , 2011, 24, 0001-8686.

A37. A. Bartnik, H. FIEDOROWICZ, R. Jarocki, J. KOSTECKI, ,' Combined effect of EUV irradiation and acetone treatment on PET surface', APPLIED PHYSICS A-MATERIALS SCIENCE & PROCESSING, 103(1), 173-178, 2011, 24, 0947-8396.

A38. A. Bartnik, H. FIEDOROWICZ, R. Jarocki, J. KOSTECKI, J. MIKOŁAJCZYK, M. Szczurek, P. W. Wachulak, F. de Gaufridy de Dortan, R. Rakowski, 'Laser-produced plasma EUV source based on tin-rich, thin-layer targets ', APPLIED PHYSICS B-LASERS AND OPTICS, 102(3), 559-567, 2011, 24, 0946-2171.

A39. B. Jankiewicz, H.I. Kenttamaa, Y.C. Lee, J.J. Nash, J.S. Reece, N.R. Vinueza, 'Effects of a hydroxyl substituent on the reactivity of the 2,4,6-tridehydropyridinium cation, an aromatic σ,σ,σ-triradical', CHEMISTRY-A EUROPEAN JOURNAL, , 2011, 24, 0947-6539.
A40. P. Nyga, U.K. Chettiar, V.P. Drachev, J. Fang, A.V. Kildishev, L.J. Prokopeva, V.M. Shalaev, V.I.D. Thoreson, 'Fabrication and realistic modeling of three-dimensional metaldielectric composites', Journal of Nanophotonics, 5, 51513, 2011, 24, 1934-2608.
A41. K. Chmielewski, , 'Multi-vernier time-to-digital converter implemented in a field-programmable gate array', MEASUREMENT SCIENCE & TECHNOLOGY, 22, 111-121,

2011, 24, 0957-0233.

A42. A. Bartnik, H. FIEDOROWICZ, R. Jarocki, J. KOSTECKI, M. Szczurek, P. W. Wachulak, , ' Laser-plasma EUV source dedicated for surface processing of polymer', NUCLEAR INSTRUMENTS & METHODS IN PHYSICS RESEARCH SECTION B-BEAM INTERACTIONS WITH MATERIALS AND ATOMS, 647, 125-131, 2011, 24, 0168-583X.

A43. L. Gorajek, J. K. JABCZYŃSKI, M. Kaśków, J. KWIATKOWSKI, W. ŻENDZIAN, , ' Optimization of end-pumped, actively Q-switched quasi-III-level lasers ', OPTICS EXPRESS, 19(17), 15652-15668, 2011, 24, 1094-4087.

A44. P. Nyga, T.H.P. Brotosudarmo, N. Czechowski, S. Maćkowski, D. Piątkowski, H. Scheer, V.I.K. Schmidt, ' Absorption Enhancement in Peridinin-Chlorophyll-Protein LightHarvesting Complexes Coupled to Semicontinuous Silver Film ', PLASMONICS, , , 2011, 24, 1557-1955. A45. W. Ł. MROZ, K. Moraczewski, P. Rytlewski, A. Tracz, A. Zenkiewicz, ' Surface

morphology studies of laser irradiated and chemically metalized polyamide composites ', SURFACE & COATINGS TECHNOLOGY, 205, 5248-5253, 2011, 24, 0257-8972.

A46. J. MARCZAK, E. Fortuna-Zaleśna, H. Garbacz, A. Koss, K.J. Kurzydłowski, T. Onyszczuk, A. Zatorska, G.Z. Żukowska, 'Effect of laser treatment on the surface of copper alloys ', APPLIED SURFACE SCIENCE, 257, 7369-7374, 2011, 20, 0169-4332.

A47. E. P. MICHALSKI, J. ŻMIJA, M. Baranski, M.T. Borowiec, Ł. Dobrzycki, V. Domukhovski, V.P. Dyakonov, J-U Hoffmann, E.N. Khatsko, A. Majchrowski, J. Pietosa, K. Prokes, A.I.

Rykova, V. Shtyrkhunova, A. Szewczyk, H Szymczak, K. Wozniak, T. Zayarnyuk, E.E. Zubov, ' The magnetic properties of potassium holmium double tungstate ', Fizika Nizkikh Temperatur, 37, 25-31, 2011, 20, 0132-6414.

A48. R. DULSKI, H. POLAKOWSKI, T. SOSNOWSKI, ,' A method for modelling IR images of sky and clouds ', INFRARED PHYSICS & TECHNOLOGY, 54, 53-60, 2011, 20, 1350-4495. A49. P. Nyga, R. Kowerdziej, J. Parka, B. Salski, ' Simulation of a tunable metamaterial with nematic liquid crystal layers ', LIQUID CRYSTALS, 38, 377-379, 2011, 20, 0267-8292. A50. H. POLAKOWSKI, A. Czerwinski, V.K. Malyutenko, T. Piotrowski, A.M. Tykhonov, M. Węgrzecki, ' Optimization of parameters for silicon planar source of modulated infrared radiation ', MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING B-SOLID STATE MATERIALS FOR ADVANCED TECHNOLOGY (Materials Science and Engineering B-Advanced Functional Solid-State Materials), B176, 363-367, 2011, 20, 0921-5107.

A51. K. E. JACH, J. OWSIK, ,' Correlation software algorithm for portable laser spectral analysis of heavy metal dopants ', OPTICS AND LASERS IN ENGINEERING, 49, 1422-1427, 2011, 20, 0143-8166.

A52. L. Galecki, M. Maciejewska, P. Nyga, W. PICHOLA, M. SKÓRCZAKOWSKI, J. ŚWIDERSKI, T. Bragagna, S. Gross, A. Heinrich, J. Kasprzak, A. ZAJĄC, ' 30 mJ, TEM00, high repetition rate, mechanically Qswitched Er:YAG laser operating at 2940 nm ', OPTO-ELECTRONICS REVIEW, 19(2), 206-210, 2011, 20, 1230-3402.

A53. K. KOPCZYŃSKI, Z. Mierczyk, J. S. MŁYŃCZAK, M. Malinowska, P. Osiwiański, ' Comparison of cw laser generation in Er3+, Yb3+:glass microchip lasers with different types of glasses ', OPTO-ELECTRONICS REVIEW, 19(4), 87-91, 2011, 20, 1230-3402.

A54. A. L. Bajor, J. Kisielewski, A. Kłos, K. Kopczyński, T. Łukasiewicz, J. Mierczyk, J. Młyńczak, , ' Assessment of gadolinium calcium oxoborate (GdCOB) for laser applications ', OPTO-ELECTRONICS REVIEW, 19(4), 51-60, 2011, 20, 1230-3402.

A55. A. NOWAK-STEPNIOWSKA, A. PADZIK-GRACZYK, A.ROMISZEWSKA, M. Małecki, K. Wiktorska, M. Małecki, K. Wiktorska, 'Inhibition of cell growth induced by photosensitizer PP(Arg)2 mediated photodynamic therapy in human breast and prostate cell lines. Part I', Photodiagnosis and Photodynamic Therapy, 8, 39-48, 2011, 20, 1572-1000.

A56. A. Bombalska, M. Mularczyk-Oliwa, M. Kwaśny, M. Włodarski, M. Kaliszewski, K.

Kopczyński, E.A. Trafny, M. Szpakowska, M. Szpakowska, E.A. Trafny, 'Classification of the biological material with use of FTIR spectroscopy and statistical analysis ',

SPECTROCHIMICA ACTA PART A-MOLECULAR AND BIOMOLECULAR SPECTROSCOPY, 78, 1221-1226, 2011, 20, 1386-1425.

A57. A. Nowak-Stępniewska, K. Wiktorksa, M. Małecki, A. PADZIK-GRACZYK, A. ROMISZEWSKA, M. Małecki, K. Wiktorska, ' Cytotoxicity of PP(Arg)2 and Hp(Arg)2 mediated photodynamic therapy and early stage of apoptosis induction in prostate carcinoma in vitro ', Acta Biochimica Polonica, 4(58), 497-505, 2011, 15, 0001-527X.

A58. J. ŻMIJA, M. Barański, M.T. Borowiec, V.P. Dyakonov, E.N. Khatsko, A. Majchrowski, A.I. Rykova, H. Szymczak, T. Zayarnyuk, ' The low temperature magnetic properties of potassium holmium double tungstate ', CENTRAL EUROPEAN JOURNAL OF PHYSICS, 9, 260-262, 2011, 15, 1895-1082.

A59. A. Bartnik, H. FIEDOROWICZ, R. Jarocki, J. KOSTECKI, M. Szczurek, O. Chernyayeva, J. Sobczak, 'EUV-induced physico-chemical changes in near-surface layers of polymers ', JOURNAL OF ELECTRON SPECTROSCOPY AND RELATED PHENOMENA, 184, 270-275, 2011, 15, 0368-2048.

A60. L. Gorajek, J. K. JABCZYŃSKI, M. Kaśków, J. KWIATKOWSKI, W. ŻENDZIAN, Z. Librant, A. Wajler, H. Węglarz, ' Laser and thermo-optical investigations of Nd:YAG ceramics ', OPTICS AND SPECTROSCOPY, 111(2), 262-266, 2011, 15, 0030-400X.

A61. E. MICHALSKI, J. ŻMIJA, M. Barański, M.T. Borowiec, Ł. Dobrzycki, V. Domukhovski, V.P. Dyakonov, M.U. Gutowska, J-U Hoffmann, A. Majchrowski, K. Prokes, V. Shtyrkhunova, A. Szewczyk, H. Szymczak, K. Woźniak, T. Zayarnyuk, E.E. Zubov, ' The specific heat of potassium holmium double tungstate ', PHASE TRANSITIONS, 84, 944-950, 2011, 15, 0141-1594.

A62. J. ŻMIJA, I. Jankowska-Sumara, A. Majchrowski, 'Strong nonlinear electrostriction in PbZr1-xSnxO3 antiferroelectric crystals with 0.11 < x < 0.35', PHASE TRANSITIONS, 84(5-

6), 521-526, 2011, 15, 0141-1594.

A63. Z. BIELECKI, J. MIKOŁAJCZYK, B. Rutecka, J. S. WOJTAS, R. Mędrzycki, T. Stacewicz, ' Application of Quantum Cascade Lasers in Nitric Oxide and Nitrous Oxide Detection ', ACTA PHYSICA POLONICA A, 120(4), 794-797, 2011, 10, 0587-4246.

A64. E. P. MICHALSKI, J. ŻMIJA, M. Baranski, M.T. Borowiec, Ł. Dobrzycki, V. Domukhovski, V.P. Dyakonov, M.U. Gutowska, P. Iwanowski, E.N. Khatsko, A. Majchrowski, A.I. Rykova, V. Shtyrkhunova, A. Szewczyk, H. Szymczak, K. Wozniak, T. Zayarnyuk, E.E. Zubov, 'Crystalline Structure of Potassium Holmium Double Tungstate', ACTA PHYSICA POLONICA A, 119(6), 835-837, 2011, 10, 0587-4246.

A65. W. CIURAPIŃSKI, M. SZUSTAKOWSKI, M. T. ŻYCZKOWSKI, B. Uziębło-Zyczkowska, ' Interferometric fiber optics based sensor for monitoring of the heart activity ', ACTA PHYSICA POLONICA A, 120(4), 782-784, 2011, 10, 0587-4246.

A66. M. PISZCZEK, ', ' Data Fusion in Application of Image Information ', ACTA PHYSICA POLONICA A, 120(4), 716-719, 2011, 10, 0587-4246.

A67. M. PISZCZEK, M. SZUSTAKOWSKI, M. Kowalski, 'Measurement Stand for TeraEYE Inspection', ACTA PHYSICA POLONICA A, 120(4), 720-724, 2011, 10, 0587-4246. A68. N. PAŁKA, ,'THz reflection spectroscopy of explosives measured by Time Domain Spectroscopy', ACTA PHYSICA POLONICA A, 120(4), 713-715, 2011, 10, 0587-4246. A69. Z. BIELECKI, J. MIKOŁAJCZYK, M. NOWAKOWSKI, D. M. SZABRA, J. S. WOJTAS, ,' Investigations of Quantum Cascade Lasers for Free Space Optics Operating at the Wavelength Range of 8-12um', ACTA PHYSICA POLONICA A, 120(4), 705-708, 2011, 10, 0587-4246. A70. J. S. WOJTAS, ,' Two-channel optoelectronic sensor employing cavity enhanced absorption spectroscopy', ACTA PHYSICA POLONICA A, 120(4), 763-766, 2011, 10, 0587-4246.

A71. M. G. DŁUGASZEK, M. A. H. KASZCZUK, M. MULARCZYK-OLIWA , , ' Magnesium, Calcium, and Trace Elements Excretion in 24-h Urine ', BIOLOGICAL TRACE ELEMENT RESEARCH, 142, , 2011, 10, 0163-4984.

A72. Z. BIELECKI, J. MIKOŁAJCZYK, M. NOWAKOWSKI, B. Rutecka, J. S. WOJTAS, 'Applying CEAS method to UV, VIS, and IR spectroscopy sensors', Bulletin of the Polish Academy of Sciences-Technical Sciences, 59(4), 415-418, 2011, 10, 0239-7528.

A73. Z. BIELECKI, M. Gutowska, J. MIKOŁAJCZYK, M. NOWAKOWSKI, J. S. WOJTAS, D. Pierścińska, K. Pierściński, ' Transmitter with quantum cascade laser for free space optics communication system ', Bulletin of the Polish Academy of Sciences-Technical Sciences, 59(4), 419-423, 2011, 10, 0239-7528.

A74. J. ŻMIJA, I. Jankowska-Sumara, A. Majchrowski, K. Roleder, ' Nonlinear electrostrictive properties of PbZrO3:Sn single crystals with antiferroelectric phase transitions ', Journal of Advanced Dielectrics, 1(2), 223-227, 2011, 10, 2010-135X.

A75. P. Nyga, R. Kowerdziej, J. Parka, ' Tunable liquid crystalline metamaterial structure in GHz range', MOLECULAR CRYSTALS AND LIQUID CRYSTALS, 545, 91-95, 2011, 10, 1542-1406.

A76. M. KASTEK, T. PIĄTKOWSKI, P. D. TRZASKAWKA, , ' Infrared imaging Fourier transform spectrometer as the stand-off gas detection systems ', Metrology and Measurement Systems, 18, 607-620, 2011, 9, 0860-8229.

A77. J. JANUCKI, K. KICZYŃSKI, , ' Zastosowanie spektroskopii plazmy wzbudzanej laserowo do zdalnego wykrywania materiałów wybuchowych ', Przegląd Elektrotechniczny, 87(9a), 106-109, 2011, 9, 0033-2097.

A78. M. M. PISZCZEK, , ' Nowe możliwości systemów ochrony antyterrorystycznej z wykorzystaniem Rozszerzonej Rzeczywistości ', Przeglad Elektrotechniczny, 87(9a), 45-48, 2011, 9, 0033-2097.

A79. P. W. Wachulak, E. Anderson, H. Bravo, W. Chao, M. Marconi, C. Menoni, J.J. Rocca, B. Szapiro, ' Demonstration of Nanomachining with Focused Extreme Ultraviolet Laser Beams ', IEEE JOURNAL OF SELECTED TOPICS IN QUANTUM ELECTRONICS, 18(1), 443-448, 2012, 45, 1077-260X.

A80. Z. K. JANKIEWICZ, K. M. Abramski, K. Grodecki, P. Paletko, I. Pasternak, G. Sobon, J.

Sotor, W. Strupiński, 'Er-Doped Fiber Laser Mode-Locked by CVD Graphene Saturable Absorber', JOURNAL OF LIGHTWAVE TECHNOLOGY, 30(17), 2770-2775, 2012, 40, 0733-8724.

A81. J. ŚWIDERSKI, S.D. Jackson, M. Eckerle, M. Eichhorn, C. Kieleck, G. Maze, ' Actively Q-switched and mode-locked Tm3+-doped silicate 2 mu m fiber laser for supercontinuum generation in fluoride fiber ', OPTICS LETTERS, 37(4), 512-514, 2012, 40, 0146-9592. A82. L. Gorajek, J. K. JABCZYŃSKI, M. Kaśków, K. Kopczyński, J. KWIATKOWSKI, W. ŻENDZIAN, , ' 250 mJ, self-adaptive, diode-side-pumped Nd:YAG slab laser ', OPTICS LETTERS, 37, 2598-2600, 2012, 40, 0146-9592.

A83. M. Maciejewska, J. ŚWIDERSKI, ,' Watt-level, all-fiber supercontinuum source based on telecom-grade fiber components ', APPLIED PHYSICS B-LASERS AND OPTICS, 109(1), 177181, 2012, 35, 0946-2171.

A84. A. Bartnik, H. FIEDOROWICZ, P. W. Wachulak, P. Bruza, D. Panek, 'Imaging of nanostructures with sub-100 nm spatial resolution using a desktop EUV microscope ', APPLIED PHYSICS B-LASERS AND OPTICS, 109, 105-111, 2012, 35, 0946-2171.

A85. A. Bartnik, B. Budner, H. FIEDOROWICZ, B. Korczyc, P. W. Wachulak, W. Lisowski, J. Sobczak, 'Simultaneous treatment of polymer surface by EUV radiation and ionized nitrogen', APPLIED PHYSICS A-MATERIALS SCIENCE & PROCESSING, 109, 39-43, 2012, 30, 0947-8396.

A86. A. Bartnik, H. Fiedorowicz, H. FIEDOROWICZ, J. KOSTECKI, M. Szczurek, P. W. Wachulak, ,' Efficient micromachining of poly(vinylidene fluoride) using a laser-plasma EUV source', APPLIED PHYSICS A-MATERIALS SCIENCE & PROCESSING, 106(3), 551-555, 2012, 30, 0947-8396.

A87. W.J. Stępiniowski, M. Norek, M. Michalska-Domańska, A. Bombalska, M. KWAŚNY, A. NOWAK-STĘPNIOWSKA, Z. Bojar, M. Michalska-Domańska, M. Norek, W. Stępniowski, ' Fabrication of anodic aluminium oxide with incorporated chromate ions ', APPLIED SURFACE SCIENCE, 259, 324-330, 2012, 30, 0169-4332.

A88. Z. Mierczyk, , ' Lasers in the Dual Use Technologies ', Bulletin of the Polish Academy of Sciences-Technical Sciences, 60(4), 375--380, 2012, 30, 0239-7528.

A89. Z. BIELECKI, J. MIKOŁAJCZYK, J. S. WOJTAS, , ' Compact QCL driver for free space transmitter ', Bulletin of the Polish Academy of Sciences-Technical Sciences, 60(4), 41280, 2012, 30, 0239-7528.

A90. B. Budner, J. Czwartos, W. MRÓZ, P. Rytlewski, M. Zenkiewicz, 'Laser-induced surface modification of polylactide', JOURNAL OF MATERIALS PROCESSING TECHNOLOGY, , 1700-1704, 2012, 30, 0924-0136.

A91. A. Bartnik, H. FIEDOROWICZ, R. Jarocki, P. W. Wachulak, ,' Characterization of multijet gas puff targets for high-order harmonic generation using EUV shadowgraphy', NUCLEAR INSTRUMENTS & METHODS IN PHYSICS RESEARCH SECTION B-BEAM INTERACTIONS WITH MATERIALS AND ATOMS, 285(15), 102-106, 2012, 25, 0168-583X.

A92. A. Bartnik, H. FIEDOROWICZ, R. Jarocki, M. Szczurek, P. W. Wachulak, ,' Soft X-ray characterization of an elongated gas-puff target dedicated for laser-matter interaction experiments and high harmonic generation ', NUCLEAR INSTRUMENTS & METHODS IN PHYSICS RESEARCH SECTION B-BEAM INTERACTIONS WITH MATERIALS AND ATOMS, 276(1), 38-43, 2012, 25, 0168-583X.

A93. Z. BIELECKI, J. MIKOŁAJCZYK, M. NOWAKOWSKI, B. Rutecka, J. S. WOJTAS, T. Stacewicz, ' Cavity ring down spectroscopy: detection of trace amounts of substance ', OPTO-ELECTRONICS REVIEW, 20(1), 53-60, 2012, 25, 1230-3402.

A94. K. KOPCZYŃSKI, Z. Mierczyk, J. S. MŁYŃCZAK, M. Malinowska, P. Osiwiański, 'Pulse generation at 1.5 um wavelength in new EAT14 glasses doped with Er3+ and Yb3+ ions ', OPTO-ELECTRONICS REVIEW, 20(1), 14-17, 2012, 25, 1230-3402.

A95. T. Drozd, P. Knysak, J. D. WOJTÁNOWSKI, M. ZYGMUNT, , ' Analysis of data transmission technique based on pulsed laser ', OPTO-ELECTRONICS REVIEW, 20(1), 75-78, 2012, 25, 1230-3402.

A96. A. Bartnik, H. FIEDOROWICZ, P. W. Wachulak, R. A. Bartels, A. Isoyan, M.C. Marconi, L. Urbański, ' Aspects of nanometer scale imaging with extreme ultraviolet (EUV) laboratory

sources ', OPTO-ELECTRONICS REVIEW, 20(1), 41288, 2012, 25, 1230-3402.

A97. Z. BIELECKI, J. MIKOŁAJCZYK, M. NOWAKOWSKI, J. S. WOJTAS, , ' Ultrasensitive laser spectroscopy for breath analysis ', OPTO-ELECTRONICS REVIEW, 20(1), 77-90, 2012, 25, 1230-3402.

A98. A. Bombalska, M. Kaliszewski, K. KOPCZYŃSKI, M. KWAŚNY, M. A. MULARCZYK-OLIWA, M. R. WŁODARSKI, M. Szpakowska, E.A. Trafny, 'Comparison of fluorescence spectroscopy and FTIR in differentiation of plant pollens ', SPECTROCHIMICA ACTA PART A-MOLECULAR AND BIOMOLECULAR SPECTROSCOPY, 97, 246-254, 2012, 25, 1386-1425.

A99. Z. BIELECKI, J. JANUCKI, J. MIKOŁAJCZYK, N. PAŁKA, J. S. WOJTAS, A. Kawalec, M. Pasternak, T. Pustelny, T. Stacewicz, 'SENSORS AND SYSTEMS FOR THE DETECTION OF EXPLOSIVE DEVICES AN OVERVIEW', Metrology and Measurement Systems, XIX(1), 41361, 2012, 20, 0860-8229.

A100. N. PAŁKA, U. Chodorow, K. Czupryński, K. Garbat, J. Parka, 'Spectral investigation of nematic liquid crystals with high optical anisotropy at THz frequency range ', PHASE TRANSITIONS, 11, 41282, 2012, 20, 0141-1594.

A101. A. NOWAK-STĘPNIOWSKA, K. Wiktorska, M. Małecki, M. Milczarek, K. Lubelska, A. PADZIK-GRACZYK, M. Małecki, M. Milczarek, K. Wiktorska, 'Cytotoxicity of PP(Arg)2 and PP(Ala)2(Arg)2 based photodynamic therapy and early stage of apoptosis induction in human breast cancer in vitro', Acta Biochimica Polonica, 4, 603-611, 2012, 15, 0001-527X.

A102. A. Bartnik, H. FIEDOROWICZ, J. KOSTECKI, A. Szczurek, P. W. Wachulak, ,' EUV-Induced Nanostructuring of Solids ', ACTA PHYSICA POLONICA A, 121(2), 445-449, 2012, 15, 0587-4246.

A103. N. PAŁKA, , ' Complex THz Reflectance Spectra of Hexogen Measured for Various Surfaces ', ACTA PHYSICA POLONICA A, 122(5), 854-857, 2012, 15, 0587-4246.

A104. N. PAŁKA, M. SZUSTAKOWSKI, T. Trzcinski, 'Terahertz Spectra of Explosives Measured by Optical Parametric Oscillator-Based System and Time Domain Spectroscopy', ACTA PHYSICA POLONICA A, 122(5), 946-949, 2012, 15, 0587-4246.

A105. N. PAŁKA, R. T. Ryniec, P. P. ZAGRAJEK, , ' Terahertz Frequency Domain Spectroscopy Identification System Based on Decision Trees ', ACTA PHYSICA POLONICA A, 122(5), 891-895, 2012, 15, 0587-4246.

A106. M. M. PISZCZEK, M. SZUSTAKOWSKI, M. Kowalski, K. Ludwikowski, K. Rutyna, ' The Role of a Laser Photography Device Illuminator in Acquisition of Spatial Information ', ACTA PHYSICA POLONICA A, 122, 862-865, 2012, 15, 0587-4246.

A107. M. PISZCZEK, M. SZUSTAKOWSKI, ,' Elements of Augmented Reality for Vision Systems', ACTA PHYSICA POLONICA A, 122, 950-953, 2012, 15, 0587-4246.

A108. M. SZUSTAKOWSKI, M. ŻYCZKOWSKI, M. Karol, P. Markowski, K. Murawski, K. Rózanowski, ' Research and parameter optimization of the infrared sensor for eye track ', ACTA PHYSICA POLONICA A, 122(5), 942-945, 2012, 15, 0587-4246.

A109. M. SZUSTAKOWSKI, M. ŻYCZKOWSKI, M. Karol, P. Markowski, ' Physical properties of fiber-optic sensor in new dual configuration ', ACTA PHYSICA POLONICA A, 122(5), 938-941, 2012, 15, 0587-4246.

A110. M. T. ŻYCZKOWSKI, , ' The fiber-optic sensor for the museum collections protection ', ACTA PHYSICA POLONICA A, 122(5), 933-937, 2012, 15, 0587-4246.

A111. M. PISZCZEK, ,' Metadata in a LPS ', ACTA PHYSICA POLONICA A, 122(5), 858-861, 2012, 15, 0587-4246.

A112. A. Bartnik, H. FIEDOROWICZ, P. W. Wachulak, ,' Nanometer-Scale Incoherent Imaging Using Laser-Plasma EUV Source ', ACTA PHYSICA POLONICA A, 121(2), 450-453, 2012, 15, 0587-4246.

A113. P. Nyga, U. Chodorow, K. Czupryński, K. Garbat, L. Jaroszewicz, J. Parka, 'Spectral Properties of Nematic Liquid Crystal Mixtures Composed with Long and Short Molecules ', MOLECULAR CRYSTALS AND LIQUID CRYSTALS, 561(10), 74-81, 2012, 15, 1542-1406. A114. H. MADURA, T. SOSNOWSKI, M. Dąbrowski, M. Krupiński, 'Algorytm syntezy obrazu termowizyjnego z obrazem z kamery wideo', Przeglad Elektrotechniczny, 2012, 15, 0033-2097.

A115. Z. BIELECKI, J. MIKOŁAJCZYK, J. S. WOJTAS, T. Dąbrowsk, R. Mędrzycki, J. Wawer, ' Bramka do wykrywania materiałów wybuchowych', Przegląd Elektrotechniczny, 88(11), 29-31, 2012, 15, 0033-2097.

A116. N. R. Vinueza, E. F. Archibold, B. J. Jankiewicz, S. C. Habicht, M. S. Aqueel, J. J. Nash, H. I. Kenttämaa, , ' The Reactivity of the 4,5-Didehydroisoquinolinium Cation ', Chem. Eur. J., 18, 8692 – 8698, 2012, 15, 0947-6539.

A117. B. J. Jankiewicz, J. Gao, J. N. Reece, N. R. Vinueza, P. Narra, J. J. Nash and H. I. Kenttämaa, , ' Substituent Effects on the Non-radical Reactivity of 4-Dehydropyridinium Cation ', J. Phys Chem. A, 116, 3089 – 3093, 2012, 15, 1089-5639.

A118. V. A. Gallardo, B. J. Jankiewicz, N. R. Vinueza, J. J. Nash and H. I. Kenttämaa, , ' Reactivity of a  $\sigma$ , $\sigma$ , $\sigma$ , $\sigma$ -Tetraradical: the 2,4,6-Tridehydropyridine radical Cation ', J. Am. Chem. Soc, 134, 1926 – 1929, 2012, 15, 0002-7863.

A119. J. Kusinski, S. Kąc, A. Kopia, A. Radziszewska, M. Rozmus-Górnikowska,, , ' Laser Modification of the Materials Surface Layer – a Review Paper ', Bulletin of the Polish Academy of Sciences-Technical Sciences, 60(4), xx-xxx, 2012, 30, 0239-7528.

A120. R. Major, K. Maksymow, J. Marczak, J.M. Lackner, M. Kot, and B. Major, , 'Migration channels produced by laser ablation for substrate endothelialization ', Bulletin of the Polish Academy of Sciences-Technical Sciences, 60(2), xx-xxx, 2012, 30, 0239-7528.

A121. J. Świderski, M. Michalska(Maciejewska), , ' The generation of a broadband, spectrally flat supercontinuum extended to the mid-infrared with the use of conventional passive single-mode fibers and thulium-doped single-mode fibers pumped by 1.55 um pulses ', LASER PHYSICS LETTERS, 10(1), 15106, 2013, 50, 1612-2011.

A122. J. Świderski, M. Michalska(Maciejewska), J. Kwiatkowski, M. Mamajek, , ' An all-fiber, resonantly pumped, gain-switched, 2 um Tm-doped silica fiber laser ', LASER PHYSICS LETTERS, 10(1), 15107, 2013, 50, 1612-2011.

A123. J. Świderski, M. Michalska(Maciejewska), , ' Mid-infrared supercontinuum generation in a single-mode thulium-doped fiber amplifier ', LASER PHYSICS LETTERS, 10(3), 15107, 2013, 50, 1612-2011.

A124. J. Świderski, M. Michalska(Maciejewska), , ' Mid-IR supercontinuum generation in a ZBLAN fiber pumped by a gain-switched mode-locked Tm-doped fiber laser and amplifier system ', OPTICS EXPRESS, 21(7), 7851-7857, 2013, 45, 1094-4087.

A125. E. B. Malm, N. C. Monserud, C. G. Brown, P. W. Wachulak, H. Xu, G. Balakrishnan, W. Chao, E. Anderson, M. C. Marconi, , 'Tabletop single-shot extreme ultraviolet Fourier transform holography of an extended object ', Optics Express , 21(8), 9959–9966, 2013, 45, 1094-4088. A126. P.W. Wachulak, A. Bartnik, A. Baranowska-Korczyc, D. Pánek, P. Brůža, J. Kostecki, Ł. Węgrzyński, R. Jarocki, M. Szczurek, K. Fronc, D. Elbaum, H. Fiedorowicz, , ' Study of crystalline thin films and nanofibers by means of the laser-plasma EUV-source based microscopy ', Radiation Physics and Chemistry, , 2013, 20, 0969-806X.

A127. A. Bartnik, P. Wachulak, H. Fiedorowicz, R. Jarocki, J. Kostecki, M. Szczurek, , ' Luminescence of He and Ne gases induced by EUV pulses from a laser plasma source ', Radiation Physics and Chemistry, , , 2013, 20, 0969-806X.

A128. P. W. Wachulak, A. Bartnik, M. Skorupka, J. Kostecki, R. Jarocki, M. Szczurek, L. Wegrzynski, T. Fok, H. Fiedorowicz, , 'Water-window microscopy using a compact, laserplasma SXR source based on a double stream gas-puff target ', Applied Physics B, , , 2013, 35, 0946-2171.

A129. A. Bartnik, R. Fedosejevs, P. Wachulak, H. Fiedorowicz, C. Serbanescu, E.G. Saiz, D. Riley, S. Toleikis, D. Neely, , ' Photoionized neon plasmas induced by radiation pulses of a laser-plasma EUV source and a free electron laser FLASH ', Laser and Particle Beams, , , 2013, 35, 0263-0346.

### A2. Lista B wg MNiSW (artykuły spoza listy filadelfijskiej)

### /nr publ./lista autorów/ tytuł publikacji / nazwa czasopisma / tom / nr stron/ rok /punkty MNiSW/nr ISSN

B1. R. DULSKI, K. E. JACH, M. KASTEK, M. H. KASZCZUK, R. ŚWIERCZYŃSKI, J. WOJTANOWSKI, , ' Modeling of projectile propagation through the atmosphere and evaluation of UV Solar Blind detection capabilities for remote sniper detection technology ', BIULETYN WOJSKOWEJ AKADEMII TECHNICZNEJ, LIX, 229-253, 2010, 9, 1234-5865. B2. M. Kaliszewski, K. KOPCZYŃSKI, M. KWAŚNY, Z. Mierczyk, J. S. MŁYŃCZAK, M. A. MULARCZYK-OLIWA, M. WŁODARSKI, E.A. Trafny, ' Badanie i analiza widm fluorescencyjnych do identyfikacji potencjalnych czynników zagrożenia biologicznego ' BIULETYN WOJSKOWEJ AKADEMII TECHNICZNEJ, LIX, 363-374, 2010, 9, 1234-5865. B3. M. Kaliszewski, K. KOPCZYŃSKI, M. KWAŚNY, M. A. MULARCZYK-OLIWA, M. WŁODARSKI, R. Lewandowski, M. Szpakowska, ' Opracowanie parametrów generowania aerozoli bakteryjnych do badań przyrządem UVAPS ', BIULETYN WOJSKOWEJ AKADEMII TECHNICZNEJ, LIX, 395-405, 2010, 9, 1234-5865. B4. R. DULSKI, M. KASTEK, P. TRZASKAWKA, , ' Electro-optical passive sniper detection conception and system overview ', BIULETYN WOJSKOWEJ AKADEMII TECHNICZNEJ, LIX,3, 277-293, 2010, 9, 1234-5865. B5. M. KASTEK, H. J. MADURA, T. SOSNOWSKI, , ' Lokalizacja, klasyfikacja i identyfikacja śmigłowców, czołgów i transporterów na podstawie analizy sygnału akustycznego ' , BIULETYN WOJSKOWEJ AKADEMII TECHNICZNEJ, LIX,3, 329-353, 2010, 9, 1234-5865. B6. M. M. PISZCZEK. . ' Fotokody w eksploatacii obiektów technicznych'. BIULETYN WOJSKOWEJ AKADEMII TECHNICZNEJ, LIX(4), 85-97, 2010, 9, 1234-5865. B7. M. SKÓRCZAKOWSKI, J. ŚWIDERSKI, D Dorosz, M. Kochanowicz, A.S. ZAJAC. ' Fibre lasers conditioning constructional and technological ', BULLETIN OF THE POLISH ACADEMY OF SCIENCES: TECHNICAL SCIENCES, 58(4), 491-502, 2010, 9, 0000-0000. B8. J. A. MIKOŁAJCZYK, B. Rutecka, , ' Koncepcja stanowiska do badań rozkładu przestrzennego czułości widmowej detektorów ', Elektronika : konstrukcje, technologie, zastosowania, 1, 29-32, 2010, 9, 0033-2089. B9. Z. BIELECKI, J. A. MIKOŁAJCZYK, M. NOWAKOWSKI, B. Rutecka, J. S. WOJTAS, . ' Łącze optoelektroniczne w otwartej przestrzeni ', Elektronika : konstrukcje, technologie, zastosowania, , 1, 2010, 9, 0033-2089. B10. Z. BIELECKI, B. Rutecka, J. S. WOJTAS, , ' Wielospektralny optoelektroniczny czujnik niebezpiecznych gazów ', Elektronika : konstrukcje, technologie, zastosowania, , 1, 2010, 9, 0033-2089. B11. J. A. Mikołajczyk, B. Rutecka, , ' Koncepcja stanowiska do badań rozkładu przestrzennego czuło ci widmowej detektorów ', Elektronika : konstrukcje, technologie, zastosowania, 1, 29-32, 2010, 9, 0033-2089. B12. P. Głogowski, K. KOPCZYŃSKI, J. KUBICKI, M. KWAŚNY, M. Ł. MICZUGA, , ' Zastosowanie laserów kaskadowych (QCL) do detekcji śladowych ilości gazów ', Elektronika: konstrukcje, technologie, zastosowania, 10, , 2010, 9, 0033-2089. B13. G. Bieszczad, M. Dabrowski, , ' Metody wykrywania, lokalizacji i śledzenia obiektów kamerami termowizyjnymi ', Elektronika : konstrukcje, technologie, zastosowania, 51, 84-87, 2010. 9. 0033-2089. B14. W. M. CIURAPIŃSKI, N. PAŁKA, M. SZUSTAKOWSKI, P. P. ZAGRAJEK, S. Cudziło, M. Możdżonek, ' Pomiary spektralne materiałów wybuchowych w paśmie terahercowym ', Elektronika : konstrukcje, technologie, zastosowania, 50(2), 74-77, 2010, 9, 0033-2089. B15. W. M. CIURAPIŃSKI, M. Mroczkowski, N. PAŁKA, M. SZUSTAKOWSKI, J. Wróbel, Teraherce aktualnie wdrażane pasmo promieniowania elektromagnetycznego ', Elektronika : konstrukcje, technologie, zastosowania, 1, , 2010, 9, 0033-2089.

B16. M. M. PISZCZEK, M. SZUSTAKOWSKI, K. Rutyna, ' Aplikacyjne możliwo ci fotografii

laserowej ', Elektronika : konstrukcje, technologie, zastosowania, 51(10), 36-39, 2010, 9, 0033-2089.

B17. W. M. CIURAPIŃSKI, N. PAŁKA, M. M. PISZCZEK, M. SZUSTAKOWSKI, J. Wróbel, P. P. ZAGRAJEK, ,' Nowa generacja czujników w paśmie terahercowym do wykrywania materiałów niebezpiecznych', Elektronika : konstrukcje, technologie, zastosowania, 51(6), , 2010, 9, 0033-2089.

B18. Z. BIELECKI, J. S. WOJTAS, M. Wesołowski, 'Mikronagrzewnica indukcyjna do dekompozycji par materiałów wybuchowych', Elektronika : konstrukcje, technologie, zastosowania, 7, 246-249, 2010, 9, 0033-2089.

B19. J. Bareła, K. FIRMANTY, M. KASTEK, H. POLAKOWSKI, ' Pomiary widm promieniowania substancji łatwopalnych z wykorzystaniem spektroradiometru podczerwieni ', POMIARY AUTOMATYKA KONTROLA, 6, 559-561, 2010, 9, 0032-4140.

B20. J. Bareła, K. FIRMANTY, M. KASTEK, H. POLAKOWSKI, , ' Precyzyjne ciało czarne z półprzewodnikowymi modułami termoelektrycznymi ', POMIARY AUTOMATYKA KONTROLA, 6, 562-565, 2010, 9, 0032-4140.

B21. Z. BIELECKI, M. NOWAKOWSKI, B. Rutecka, J. S. WOJTAS, R. Niedbała, M. Wesołowski, ' Projekt układu zatężania i dekompozycji par materiałów wybuchowych ', PRZEGLĄD ELEKTROTECHNICZNY, 86, 225-228, 2010, 9, 0000-0000.

B22. Z. BIELECKI, M. Gutowska, J. A. MIKOŁAJCZYK, M. NOWAKOWSKI, , ' Badania detektorów na potrzeby mikroskopii miękkiego promieniowania X ', PRZEGLĄD ELEKTROTECHNICZNY, 86, 197-199, 2010, 9, 0000-0000.

B23. M. KASTEK, T. ORŻANOWSKI, T. SOSNOWSKI, , ' Low voltage differential signal interface for thermal vision camera', PRZEGLĄD ELEKTROTECHNICZNY, 11a/, 107-110, 2010, 9, 0000-0000.

B24. Z. BIELECKI, M. NOWAKOWSKI, B. Rutecka, J. S. WOJTAS, R. Niedbała , M. Wesołowski, ' Projekt sensora par materiałów wybuchowych ' , PRZEGLĄD

ELEKTROTECHNICZNY, 11a/, 222-224, 2010, 9, 0000-0000.

B25. W. M. CIURAPIŃSKI, N. PAŁKA, M. SZUSTAKOWSKI, , ' Zintegrowany,

optoelektroniczny system ochrony obiektów rozległych infrastruktury krytycznej ', PRZEGLĄD ELEKTROTECHNICZNY, 86(10), 157-160, 2010, 9, 0000-0000.

B26. Z. BIELECKI, M. Gutowska, J. A. MIKOŁAJCZYK, M. NOWAKOWSKI, D. M. SZABRA, , ' New detection module for free space optics ', Photonics Letters of Poland, 2(2), 88-90, 2010, 7, 2080-2242.

B27. P. Nyga, A .Dziura , M. Jaroniec , D. Jamioła , ' Synteza nanocząstek złota na powierzchni koloidów krzemionkowych ' , Ochrona środowiska, 32, 41339, 2010, 6, 0000-0000.

B28. A. M. PADZIK-GRACZYK, A. ROMISZEWSKA, , ' Nanocząsteczki dwutlenku tytanu TiO2. Znane i nieznane ryzyko dla zdrowia ', Postępy Kosmetologii, 1, 61-63, 2010, 4, 2081-2949.

B29. M. Dąbrowski, R. DULSKI, S. Żmuda, 'Badanie rozkładu temperatury w tkankach jamy ustnej oświetlanych promieniowaniem laserowym IR w zabiegach stomatologicznych ', PRACE INSTYTUTU ELEKTROTECHNIKI, 245, 19-31, 2010, 4, 0000-0000.

B30. Z. Bielecki, W. Kołosowski, J. Wojtas, , ' Optoelektroniczne sensory par materiałów wybuchowych ' , Biuletyn PIT, 145, 45-47, 2010, 0, .

B31. A. Bombalska, M. Kaliszewski, M. Kwaśny, K. Kopczyński, , M. Mularczyk-Oliwa M. Włodarski, R. Lewandowski, D. Kamionek, D. Palijczuk, M. Szpakowska, E.A. Trafny, D. Kamionek, R. Lewandowski, D. Palijczuk, M. Szpakowska, 'Zastosowanie fluorescencyjnego spektrometru cząstek (UVAPS 3314, TSI) do klasyfikacji aerozoli biologicznych ', Inżynieria i Aparatura Chemiczna, 5, 4849, 2011, 24, 0368-0827.

B32. G. KAŁDOŃSKI, J. MIERCZYK, Z. Mierczyk, W. Łojkowski, A. Opalińska, ' Charakterystyki wzbudzeniowo-emisyjne nanometrycznych proszków tlenku cyrkonu domieszkowanych jonami itru, europu i prazeodymu ', Biuletyn Wojskowej Akademii Technicznej, 60, 41469, 2011, 9, 1234-5865.

B33. K. KICZYŃSKI, J. Żuk, ' Eksperymentalna weryfikacja algorytmów sterowania zrzutem spadochronowym z wykorzystaniem GPS ', Biuletyn Wojskowej Akademii Technicznej, 60,

351-370, 2011, 9, 1234-5865.

B34. K. KICZYŃSKI, J. A. OWSIK, , ' Automatyzacja procedur diagnozowania źródeł promieniowania laserowego ', Biuletyn Wojskowej Akademii Technicznej, 60, 55-69, 2011, 9, 1234-5865.

B35. W. Pichola, J. Janiszewski, K. Maciaszek, 'Elektromagnetyczny test pierścieniowy w warunkach próżni ', Biuletyn Wojskowej Akademii Technicznej, LX(2), 75-82, 2011, 9, 1234-5865.

B36. P. Knysak, Z. Mierczyk, J. WOJTANOWSKI, M. ZYGMUNT, ' Analiza możliwo ci transmisji danych z wykorzystaniem laserów impulsowych', Biuletyn Wojskowej Akademii Technicznej, LX, 65-75, 2011, 9, 1234-5865.

B37. G. Bieszczad, W. M. CIURAPIŃSKI, R. DULSKI, M. KASTEK, M. SZUSTAKOWSKI, M. T.
ŻYCZKOWSKI, , ' Synteza danych w wieloczujnikowym systemie ochrony perymetrycznej ',
Biuletyn Wojskowej Akademii Technicznej, LVIII,nr2, 205-219, 2011, 9, 1234-5865.
B38. T. ORŻANOWSKI, , ' Ocena skuteczności kalibracyjnych metod korekcji niejednorodno ci w zastosowaniu do matrycy detektorów mikrobolometrycznych ', Biuletyn Wojskowej Akademii Technicznej, 2011, 9, 1234-5865.

B39. T. PIĄTKOWSKI, H. POLAKOWSKI, A.J. Panas, 'Badania i analiza wybranych właściwości cieplno-fizycznych stopu glinu stosowanego do wykonania matrycy rastra emisyjnego ', Biuletyn Wojskowej Akademii Technicznej, 60, 103-117, 2011, 9, 1234-5865.
B40. J. S. WOJTAS, S. Cudziło, I. Jakubowska, A. Maławska, 'Stężanie par materiałów wybuchowych ', Biuletyn Wojskowej Akademii Technicznej, LX, 39-46, 2011, 9, 1234-5865.
B41. G. KAŁDOŃSKI, M. KWAŚNY, M. MICZUGA, J. MIERCZYK, Z. Mierczyk, ,' Korelacyjne analizatory ditlenku azotu i metanu w oparciu o filtr polaryzacyjno interferencyjny (CIPS) ', Elektronika : konstrukcje, technologie, zastosowania, 52(7), 173-176, 2011, 9, 0033-2089.
B42. A. Bombalska, M. Kaliszewski, K. KOPCZYŃSKI, M. A. MULARCZYK-OLIWA, M. WŁODARSKI, ,' Zastosowanie metod spektroskopowych do analizy paliw płynnych ', Elektronika : konstrukcje, technologie, zastosowania, 9, 53-55, 2011, 9, 0033-2089.
B43. K. KOPCZYŃSKI, J. KUBICKI, M. KWAŚNY, M. Ł. MICZUGA, ,' System detekcji śladowych ilości gazów w zakresie podczerwieni ', Elektronika : konstrukcje, technologie, zastosowania, 52(10), 35-37, 2011, 9, 0033-2089.

B44. J. S. WOJTAS, D. Kucharski, R. Niedbała, M. Wesołowski, ' Dwukanałowy sterownik impulsowych diod laserowych o krótkim czasie trwania impulsów ', Elektronika : konstrukcje, technologie, zastosowania, 11, , 2011, 9, 0033-2089.

B45. S. M. Burdyńska, W. Ł. MRÓZ, A. PROKOPIUK, A. Ślósarczyk, T. Wierzchoń, ' Influence of manganese on the structure and morphology of hydroxyapatite coatings deposited using pulsed laser deposition technique ', Inżynieria Materiałowa, 4(182), 608-611, 2011, 9, 0208-6247.

B46. W. Ł. MRÓZ, A. PROKOPIUK, J. Czwartos, K. Gocman, T. Kałdoński, 'Zastosowanie azotku boru jako materiału smarujšcego w porowatych łożyskach ślizgowych ', Inżynieria Materiałowa, 4(182), 612-615, 2011, 9, 0208-6247.

B47. W. Ł. MRÓZ, , ' Osadzanie warstw węglowych metodami plazmowymi na podłożach poliuretanowych o niskiej temperaturze degradacji ', Inżynieria Materiałowa, 4(182), 604-607, 2011, 9, 0208-6247.

B48. K. E. JACH, J. A. MARCZAK, R. ŚWIERCZYŃSKI, ,' Laserowe czyszczenie metalowych oplotów nici stosowanych w tkaninach zabytkowych', Inżynieria Materiałowa, XXXII, 198, 2011, 9, 0208-6247.

B49. J. ŻMIJA, ,' New organic electrochromic materials and theirs applications ', Journal of Achievements of Materials and Manufacturing Engineering, 48, 14-23, 2011, 9, 1734-8412. B50. M. WŁODARSKI, J. ŻMIJA, A. Majchrowski, ' Synthesis and characteristics of optical properties of crystalline YAI3(BO3)4:Cr,Ce', Journal of Achievements of Materials and Manufacturing Engineering, 48, 24-28, 2011, 9, 1734-8412.

B51. M. Michalska (Maciejewska), J. ŚWIDERSKI, 'Możliwości spawania włókien optycznych do zastosowań w technice laserowej za pomocą żarnikowej spawarki światłowodowej GPX 3400 ', Pomiary Automatyka Kontrola, 57(5), 467470, 2011, 9, 0032-4140.

B52. G. Bieszczad, M. KASTEK, H. J. MADURA, T. SOSNOWSKI, M. ZYGMUNT, ,'
Synchronizacja obrazów pochodzących z różnych źródeł z zastosowaniem układu
programowalnego ', Pomiary Automatyka Kontrola, 8, 905-907, 2011, 9, 0032-4140.
B53. H. J. MADURA, T. ORŻANOWSKI, T. SOSNOWSKI, ,' Metoda korekcji czułości
matrycowych detektorów podczerwieni ', Pomiary Automatyka Kontrola, 10, 1108-1111, 2011, 9, 0032-4140.

B54. R. DULSKI, M. KASTEK, P. TRZASKAWKA, ,' Badania właściwości promiennych materiałów stosowanych do maskowania okrętów w zakresie podczerwieni ', Pomiary Automatyka Kontrola, 10, 1234-1237, 2011, 9, 0032-4140.

B55. R. DULSKI, M. KASTEK, S. Milewski, P. TRZASKAWKA, ,' Wykrywanie małych jednostek pływających za pomocą kamer termowizyjnych', Pomiary Automatyka Kontrola, 10, 1230-1233, 2011, 9, 0032-4140.

B56. J. Bareła, K. FIRMANTY, M. KASTEK, H. POLAKOWSKI, , ' Weryfikacja parametrów wzorców promieniowania podczerwonego ', Pomiary Automatyka Kontrola, 10, 1130-1133, 2011, 9, 0032-4140.

B57. R. DULSKI, M. KASTEK, P. TRZASKAWKA, , ' Kamera termowizyjna z niechłodzoną matrycą detektorów PbSe o dużej prędkości rejestracji ', Pomiary Automatyka Kontrola, 10, 1123-1126, 2011, 9, 0032-4140.

B58. H. POLAKOWSKI, E. Kubik, A.S. ZAJĄC, ' Badanie pól temperaturowych w procesie spawania tkanek laserem półprzewodnikowym ', Pomiary Automatyka Kontrola, 10, 1173-1176, 2011, 9, 0032-4140.

B59. G. Bieszczad, M. Dąbrowski, P. TRZASKAWKA, P. Zaborowski, 'Określenie zmian temperatury wybranych materiałów stomatologicznych do wypełnień ubytków zębów w trakcie polimeryzacji ', Pomiary Automatyka Kontrola, 10, 1177-1179, 2011, 9, 0032-4140.

B60. T. PIĄTKOWSKI, H. POLAKOWSKI, K. Damaziak, J. Małachowski, 'Modelowanie numeryczne i pomiary termograficzne parametrów procesu hamowania ', Pomiary Automatyka Kontrola, 10, 1210-1213, 2011, 9, 0032-4140.

B61. T. PIĄTKOWSKI, H. POLAKOWSKI, J. Jachimowicz, ' Termograficzne pomiary okładzin ciernych hamulców Thermographics measurements of brake pad lining ', Pomiary Automatyka Kontrola, 11, 1285-1288, 2011, 9, 0032-4140.

B62. M. M. PISZCZEK, R. T. Ryniec, M. Kowalski, 'Stanowisko do modelowana hybrydowego', Pomiary Automatyka Kontrola, 11, 1414-1417, 2011, 9, 0032-4140.

B63. M. KASTEK, H. POLAKOWSKI, J. Pilski, 'Analysis of Facial Skin Temperature Changes in Acquaitance Comparison Question Test ', European Polygraph, 5(3-4), 117-121, 2011, 8, 1898-5238.

B64. J. A. MARCZAK, A. SARZYŃSKI, M. STRZELEC, R. Gebel, A. Olszyna, B. Synowiec, ' Metodyka badań w inżynierii procesowej laserowej dekoracji porcelany: I badania profilometryczne ', Inżynieria Materiałowa, XXXII, 454-465, 2011, 7, 0208-6247.

B65. J. A. MARCZAK, M. STRZELEC, J. Barańska, E. Fortuna-Zaleśna, A. Krzemińska-Maciejko, M. Stachurska, ' Badania metalowych elementów z okładu ikony w. Paraskiewy w stanie przed konserwacją oraz po testach czyszczenia laserowego ', Inżynieria Materiałowa, XXXII, 190-197, 2011, 7, 0208-6247.

B66. J. A. MARCZAK, A. Rycyk, A. SARZYŃSKI, W. SKRZECZANOWSKI, M. STRZELEC, E. Fortuna-Zaleśna, H. Garbacz, A. Koss, J. Mróz, ' Kolorymetryczna analiza wyników czyszczenia laserowego metalowych dzieł sztuki ', Inżynieria Materiałowa, XXXII, 206-217, 2011, 7, 0208-6247.

B67. J. A. MARCZAK, A. SARZYŃSKI, M. STRZELEC, ,' Pomiar ciśnienia fal uderzeniowych w eksperymentach laserowego umacniania laserowego ', Inżynieria Materiałowa, XXXII, 218-227, 2011, 7, 0208-6247.

B68. J. A. MARCZAK, A. SARZYŃSKI, M. STRZELEC, ,' Laserowe nanoszenie znaków barwnych na podłoża ceramiczne', Inżynieria Materiałowa, XXXII, 368-371, 2011, 7, 0208-6247.

B69. J. A. MARCZAK, Ł. Ciupiński, H. Garbacz, A. Koss, K.J. Kurzydłowski, T. Onyszczuk, ' Metody inżynierii materiałowej w diagnostyce czyszczenia laserowego metalowych dzieł sztuki ' , Inżynieria Materiałowa, XXXII, 142, 2011, 7, 0208-6247. B70. J. A. MARCZAK, , ' Metody kontroli grubości warstw wierzchnich usuwanych podczas ablacji laserowej ', Inżynieria Materiałowa, XXXII, 176, 2011, 7, 0208-6247.

B71. J. A. MARCZAK, A. Koss, M. Kowalczuk, J.M. Lackner, B. Major, R. Major, M. Sanak, ' Surface functionalization for tissue analog of blond contacting materials ', Inżynieria Materiałowa, XXXII, 545-548, 2011, 7, 0208-6247.

B72. J. A. MARCZAK, ARycyk, J. Kusiński, Ł. Major, 'Wytwarzanie warstw intermetalicznych za pomocš impulsowego promieniowania laserowego ', Inżynieria Materiałowa, XXXII, 549-552, 2011, 7, 0208-6247.

B73. W. SKRZECZANOWSKI, , ' Spektroskopia emisyjna ze wzbudzeniem laserowym w badaniach warstw wierzchnich metalowych dzieł sztuki ', Inżynieria Materiałowa, XXXII, 218-227, 2011, 7, 0208-6247.

B74. N. PAŁKA, M. SZUSTAKOWSKI, M. Możdżonek, T. Trzcinski, 'Comparison of spectra of materials measured by Time Domain and Fourier Transform Spectroscopy in Terahertz range', Photonics Letters of Poland, 3(2), 76-78, 2011, 7, 2080-2242.

B75. J. A. MARCZAK, A. SARZYŃSKI, M. STRZELEC, D. Chmielewska, R. Gebel, A. Olszyna, B. Synowiec, ' Laserowa dekoracja wyrobów ceramicznych', Szkło i Ceramika, 2, 13-16, 2011, 6, 0039-8144.

B76. J. Wawer, Z. Bielecki, J. Mikołajczyk, J. Wojtas, R. Mędrzycki, M. Nowakowski, , ' Bramka bezpieczeństwa z optoelektronicznym czujnikiem NO2 ', Pomiary Automatyka Kontrola, 58(3), 245-248, 2012, 9, 0032-4140.

B77. J. KWIATKOWSKI, M. Michalska(Maciejewska), M. Mamajek, W. PICHOLA, J. ŚWIDERSKI, , ' Układ zasilania i sterowania impulsowej diody laserowej z rozłożonym sprzężeniem zwrotnym pracującej w paśmie widmowym bezpiecznym dla wzroku ',

Elektronika : konstrukcje, technologie, zastosowania, 5, 77-80, 2012, 9, 0033-2089.

B78. M. Michalska(Maciejewska), M. Mamajek, W. PICHOLA, J. ŚWIDERSKI, , '

Światłowodowy generator supercontinuum zakresu średniej podczerwieni przykład technologii podwójnego zastosowania ', Elektronika : konstrukcje, technologie, zastosowania, 11, 85-88, 2012, 9, 0033-2089.

B79. A. Bombalska, M. Kaliszewski, K. KOPCZYŃSKI, M. Mularczyk-Oliwa, M. WŁODARSKI, , 'Zastosowanie metod fluorymetrycznych w analizie paliw płynnych', Elektronika : konstrukcje, technologie, zastosowania, 9, 60-63, 2012, 9, 0033-2089.

B80. N. PAŁKA, J. Dyczewski, C. Jastrzębski, P. Markowski, T. Trzcinski, 'Performance of a nitrogen implanted large aperture THz emiter ', Photonics Letters of Poland, 4(1), 32-34, 2012, 7, 2080-2242.

B81. N. PAŁKA, J. Dyczewski, M. Karol, ' The influence of smoke on the THz imaging ', Photonics Letters of Poland, 4(3), 94-96, 2012, 7, 2080-2242.

B82. N. PAŁKA, M. M. PISZCŻEK, M. SZUSTAKOWSKI, ,' Processing of THz images acquired by passive camera', Photonics Letters of Poland, 4(3), 97-99, 2012, 7, 2080-2242.
B83. N. PAŁKA, M. SZUSTAKOWSKI, P. P. ZAGRAJEK, E. Rurka, M. Sypek, T. Trzcinski, ' Detection of THz nanosecond pulses by fast Hot Electron Bolometer', Photonics Letters of Poland, 4(3), 106-108, 2012, 7, 2080-2242.

B84. M. M. PISZCZEK, , ' Segmentacja obrazu w fotografii laserowej ', Elektronika : konstrukcje, technologie, zastosowania, 53(10), 19-21, 2012, 6, 0033-2089.

B85. M. M. PISZCZEK, , ' Możliwości zastosowania elementów rozszerzonej rzeczywistości w urządzeniu fotografii laserowej ', Elektronika : konstrukcje, technologie, zastosowania, 53(10), 22-24, 2012, 6, 0033-2089.

B86. M. G. DŁUGASZEK, K. KOPCZYŃSKI, , ' Porównawcza analiza składu pierwiastkowego wštroby zwierzšt dziko żyjšcych ', Problemy Higieny i Epidemiologii, 92(4), 859-863, 2012, 6, 1895-4316.

B87. M. Michalska(Maciejewska), J. ŚWIDERSKI, , ' Symulacje wzmacniania promieniowania w światłowodach aktywnych domieszkowanych jonami Er3+ ', Biuletyn Wojskowej Akademii Technicznej, LXI(3), 37-51, 2012, 5, 1234-5865.

B88. A. Bombalska, M. Kaliszewski, K. KOPCZYŃSKI, M. Kwaśny, M. A. MULARCZYK-OLIWA, M. WŁODARSKI, , ' Badania widm absorpcji UV i fluorescencji pyłków roślin ', Biuletyn Wojskowej Akademii Technicznej, LXI, 295-302, 2012, 5, 1234-5865. B89. A. Cywiński, R. Ostrowski, , ' Generacja na linii 1,32 μm w laserze Nd:YAG ', Biuletyn Wojskowej Akademii Technicznej, LXI(2), 175-196, 2012, 5, 1234-5865.
B90. A. M. PADZIK-GRACZYK, A. W. NOWAK-STĘPNIOWSKA, A. ROMISZEWSKA, W. Kasprzycka, , ' Terapia fotodynamiczna część I podstawy diagnozowania i leczenia ', Farmacja Onkologiczna, 1(22), 59-63, 2012, 6, 0000-0000.

B91. W. Kasprzycka, A. M. PADZIK-GRACZYK, A. ROMISZEWSKA, A. W. NOWAK-STĘPNIOWSKA, , ' Terapia fotodynamiczna część II fotosensybilizatory ', Farmacja Onkologiczna, 2-3(23-24), 59-65, 2012, 6, 0000-0000.

B92. A. W. NOWAK-STĘPNIOWSKA, A. ROMISZEWSKA, W. Kasprzycka, A. PADZIK-GRACZYK, , , ' Terapia fotodynamiczna część III biologiczne mechanizmy działania ' , Farmacja Onkologiczna, 4(25), 78-85, 2012, 4, 0000-0000.

B93. J. Marczak, A. Koss, , ' EVALUATION OF LASER CLEANING PROGRESS AND QUALITY ', Wiadomości Konserwatorskie, 32, 108-113, 2012, 4, 0860-2395.

B94. B. J. Jankiewicz, J. Choma, D. Jamioła, M. Jaroniec, 'Silica-metal nanostructures. I. Synthesis and modification of silica nanoparticles ', *Wiad. Chem*, 64(11-12), 914-942, 2010, 5, 0043-5104.

B95. B. J. Jankiewicz, J. Choma, D. Jamioła, M. Jaroniec, 'Silica-metal nanostructures. II. Synthesis properties and application ', *Wiad. Chem*, 64(11-12), 943-981, 2010, 5, 0043-5104.

## A3. Lista C wg MNiSW (recenzowane materiały z konferencji międzynarodowych indeksowane w bazach Web of Science lub SCOPUS)

/nr publ./lista autorów/ tytuł publikacji / nazwa czasopisma / tom / nr stron/ rok /punkty MNiSW/nr ISSN

C1. W. M. CIURAPIŃSKI, N. PAŁKA, M. SZUSTAKOWSKI, T. Trzcinski, P. P. ZAGRAJEK, , ' Influence of phlegmatization on spectra of explosives in THz range ', 35TH INTERNATIONAL CONFERENCE ON INFRARED, MILLIMETER, AND TERAHERTZ WAVES (IRMMWTHZ 2010), , 2010, 10, .

C2. M. M. PISZCZEK, R. T. Ryniec, M. SZUSTAKOWSKI, ,' Spectral sampling method for identification explosives ', 35TH INTERNATIONAL CONFERENCE ON INFRARED, MILLIMETER, AND TERAHERTZ WAVES (IRMMWTHZ 2010), , , 2010, 10, .

C3. L. Gorajek, J. K. JABCZYŃSKI, J. KWIATKOWSKI, W. ŻENDZIAN, Z. Librant, A. Wajler, H. Weglarz, ' Technology and characterization of Nd:YAG ceramics ', AIP Conference Proceedings, 1228, 234-240, 2010, 10, .

C4. P. W. Wachulak, F Cerrina, Y Cheng, A Isoyan, F Jiang, C Menoni, JJ Rocca, L Urbanski, C Yang-chun, 'Extreme ultraviolet lasers demonstrate new nano-patterning schemes', Proceedings of IEEE, 5698896, 335-336, 2010, 10, .

C5. Z. BIELECKI, J. A. MIKOŁAJCZYK, M. NOWAKOWSKI, B. Rutecka, J. S. WOJTAS, , ' Application of an optical parametric generator to cavity enhanced experiment ', Proceedings of SPIE, 7745, 77450I-177450I-8, 2010, 10, .

C6. W. M. CIURAPIŃSKI, R. DULSKI, M. KASTEK, M. SZUSTAKOWSKI, P. TRZASKAWKA, M. T. ŻYCZKOWSKI, , ' Infrared uncooled cameras used in multi-sensor systems for perimeter protection ', Proceedings of SPIE, 7834, 783416, 2010, 10, .

C7. G. Bieszczad, M. KASTEK, H. J. MADURA, T. SOSNOWSKI, ,' Digital image processing in high resolution infrared camera with use of programmable logic device ', Proceedings of SPIE, 7838, 78380U, 2010, 10, .

C8. R. DULSKI, M. KASTEK, P. TRZASKAWKA, P. Powalisz, ' Enhancing image quality produced by IR cameras', Proceedings of SPIE, 7834, 783415, 2010, 10, .

C9. R. DULSKI, M. KASTEK, P. TRZASKAWKA, ,' Concept of electro-optical sensor module for sniper detection system', Proceedings of SPIE, 7834, 783414, 2010, 10, .

C10. G. Bieszczad, R. DULSKI, M. KASTEK, P. TRZASKAWKA, , ' Sniper detection using infrared camera technical possibilities and limitations ', Proceedings of SPIE, 7666, 76662E, 2010, 10, .

C11. J. Bareła, G. Bieszczad, M. KASTEK, H. J. MADURA, T. SOSNOWSKI, , ' Adaptable infrared image processing module implemented in FPGA ', Proceedings of SPIE, 7660, 76603Z, 2010, 10, .

C12. G. Bieszczad, K. FIRMANTY, M. KASTEK, H. J. MADURA, T. SOSNOWSKI, , ' The calibration stand for thermal camera module with cooled infrared focal plane array ', Proceedings of SPIE, 7660, 76603Y, 2010, 10, .

C13. N. PAŁKA, M. SZUSTAKOWSKI, P. P. ZAGRAJEK, T. Trzcinski, 'Influence of packaging on spectra of materials in THz range ', Proceedings of SPIE, 7837, 78370M-78370M-8, 2010, 10,

C14. W. M. CIURAPIŃSKI, M. M. PISZCZEK, M. SZUSTAKOWSKI, M. T. ŻYCZKOWSKI, , ' USING OPTOELECTRONIC SENSORS IN THE SYSTEM PROTEUS ', Proceedings of SPIE, 7833, 78330K, 2010, 10, .

C15. L. Gałecki, L. Gorajek, J. K. JABCZYŃSKI, J. KWIATKOWSKI, W. ŻENDZIAN, H. Jelinkova, M. Nemec, J. Sulc, ' The eye-safe Q-switched Er:YAG laser ', Proceedings of SPIE, 7721, 772114, 2010, 10, .

C16. A. S. Bartnik, H. FIEDOROWICZ, P. W. Wachulak, A. Isoyan, J.J. Rocca, L. Urbanski, ' Nanometer scale imaging with table top extreme ultraviolet sources ', Proceedings of SPIE, 7746, 774609, 2010, 10, .

C17. A.S. Bartnik, H. FIEDOROWICZ, J. L. KOSTECKI, M. Szczurek, , ' Nanostructured

polymers by a compact laser plasma EUV source ', Proceedings of SPIE, 7586, 75860G, 2010, 10, .

C18. A. S. Bartnik, H. FIEDOROWICZ, R. Jarocki, J. L. KOSTECKI, M. Szczurek, P. W. Wachulak, ,' Recent advancements in technology of compact laser plasma EUV sources', Proceedings of SPIE, 7584, 75840U, 2010, 10, .

C19. S. M. Burdyńska, J. CIOSEK, W. Ł. MRÓZ, A. PROKOPIUK, M. Jedyński, R. Minikajev, ' Investigation of gradient structures prepared by laser ablation method ', Proceedings of SPIE, 7746, 77461E, 2011, 10, .

C20. M. H. KASZCZUK, J. MIERCZYK, W. J. PIOTROWSKI, M. ZYGMUNT, Z. Mierczyk, ' Analysis of reflectance characteristics of selected plants', Proceedings of SPIE, 8040, 2011, 10. C21. M. H. KASZCZUK, J. MIERCZYK, W. J. PIOTROWSKI, M. ZYGMUNT, Z. Mierczyk, ' Fluorescence/depolarization lidar for mid-range stand-off detection of biological agents ', Proceedings of SPIE, 8037, 2011, 10, .

C22. K. T. CHRZANOWSKI, , ' Laboratory for testing electro-optical surveillance systems ', Proceedings of SPIE, 8014, 80141E, 2011, 10, .

C23. L. Gorajek, J. K. JABCZYŃSKI, M. Kaśków, K. KOPCZYŃSKI, J. KWIATKOWSKI, W. ŻENDZIAN, , ' The new optimization method of Q-switched quasi-three-level lasers ', Proceedings of SPIE, 8187, 81870U, 2011, 10, .

C24. L. Gorajek, J. K. JABCZYŃSKI, M. Kaśków, K. KOPCZYŃSKI, J. KWIATKOWSKI, W. ŻENDZIAN, , ' Analysis of thermo-optic effects in Nd:YAG ceramics disk under high heat load ', Proceedings of SPIE, 8080, 80800M, 2011, 10, .

C25. G. Bieszczad, W. M. CIURAPIŃSKI, R. DULSKI, K. FIRMANTY, M. KASTEK, N. PAŁKA, M. SZUSTAKOWSKI, M. T. ŻYCZKOWSKI, , ' Multisensor systems for security of critical infrastructures concept, data fusion and experimental results ', Proceedings of SPIE, 8193, 81933X, 2011, 10, .

C26. W. M. CIURAPIŃSKI, R. DULSKI, M. KASTEK, M. SZUSTAKOWSKI, P. TRZASKAWKA, M. T. ŻYCZKOWSKI, S. Milewski, ' Detection of small surface vessels in near, medium and far infrared spectral bands ', Proceedings of SPIE, 8185, 81850U, 2011, 10, .

C27. W. M. CIURAPIŃSKI, R. DULSKI, M. KASTEK, M. SZUSTAKOWSKI, P. TRZASKAWKA, M. T. ŻYCZKOWSKI, ,' Integrated mobile radar-camera system in airport perimeter security', Proceedings of SPIE, 8184, , 2011, 10, .

C28. R. DULSKI, M. KASTEK, N. PAŁKA, P. TRZASKAWKA, M. T. ŻYCZKOWSKI, , ' Integrated radar-camera security system experimental results ', Proceedings of SPIE, 8021, 80211U, 2011, 10, .

C29. R. DULSKI, M. KASTEK, T. PIĄTKOWSKI, M. SZUSTAKOWSKI, P. TRZASKAWKA, M. T. ŻYCZKOWSKI, ,' Concept of data processing in multi-sensor system for perimeter protection ', Proceedings of SPIE, 8019, 80190X, 2011, 10, .

C30. G. Bieszczad, R. DULSKI, M. KASTEK, P. TRZASKAWKA, ,' Fast uncooled module 32x32 array of polycrystalline PbSe used for muzzle flash detection ', Proceedings of SPIE, 8019, 80190W, 2011, 10, .

C31. G. Bieszczad, R. DULSKI, M. KASTEK, H. J. MADURA, T. SOSNOWSKI, P. TRZASKAWKA, ,' Electro-optical system for gunshot detection analysis, concept and performance', Proceedings of SPIE, 8193, 81933W, 2011, 10, .

C32. R. DULSKI, M. KASTEK, T. PIĄTKOWSKI, H. POLAKOWSKI, P. TRZASKAWKA, , ' Spectral measurements of muzzle flash with multispectral and hyperspectral sensor ', Proceedings of SPIE, 8193, 81933Y, 2011, 10, .

C33. G. Bieszczad, K. Chmielewski, M. KASTEK, H. J. MADURA, T. SOSNOWSKI, ,' Construction, parameters and research results of thermal weapon sight ', Proceedings of SPIE, 8193, 81933S, 2011, 10, .

C34. J. Bareła, R. DULSKI, M. KASTEK, H. J. MADURA, T. PIĄTKOWSKI, H. POLAKOWSKI, , ' Analysis of multi-spectral signatures of the shot ', Proceedings of SPIE, 8019, 80190V, 2011, 10, .

C35. J. Bareła, G. Bieszczad, M. KASTEK, H. J. MADURA, T. SOSNOWSKI, , ' Image processing module for high speed thermal camera with cooled detector ', Proceedings of SPIE, 8012, 80120L, 2011, 10, .

C36. M. M. PISZCZEK, R. T. Ryniec, M. SZUSTAKOWSKI, P. P. ZAGRAJEK, ,' Feature extraction technique to reduce dimensionality of the acquired THz spectra response ', Proceedings of SPIE, 8188, 818800, 2011, 10, .

C37. N. PAŁKA, R. T. Ryniec, T. Trzcinski, P. P. ZAGRAJEK, ' Experimental verification of the explosives identification model in THz range', Proceedings of SPIE, 8119, 811903, 2011, 10.

C38. N. PAŁKA, T. Trzcinski, , ' Some aspects of Far Infrared Spectroscopy of explosive materials ', Proceedings of SPIE, 7938, 79380L, 2011, 10, .

C39. M. T. ŻYCZKOWSKI, L. Dziuda, K. Rozanowski, B. Uzieblo-Zyczkowska, 'USING MODALMETRIC FIBER OPTIC SENSORS TO MONITOR THE ACTIVITY OF THE HEART ', Proceedings of SPIE, 7894, 789404, 2011, 10, .

C40. P. W. Wachulak, A. Isoyan, M. Marconi, J.J. Rocca, L. Urbanski, 'Table top nanopatterning by de-magnified Talbot effect using a capillary discharge soft X-ray laser', Proceedings of SPIE, 8140, 81400T, 2011, 10, .

C41. Z. Mierczyk, K. Kopczyński, M. Zygmunt, J. Wojtanowski, J. Młyńczak, A. Gawlikowski, A. Młodzianko, W. Piotrowski, A. Gietka, P. Knysak, T. Drozd, M. Muzal, M. Kaszczuk, R. Ostrowski, M. Jakubaszek, , ' Fluorescence/depolarization LIDAR for mid-range stand-off detection of biological agents ', Proceedings of SPIE, 8031, 80371J-1-9, 2011, 10, . C42. K. Kopczynski, J. Sarnecki, J. Mlynczak, M. Malinowski, R. Piramidowicz, Z. Mierczyk, M. Michalska(Maciejewska), M. Nakielska, , ' Optical properties of GGG thin films doped with Ni2+ and Co 2+ ions ', CLEO/Europe-EQEC, 5942835, , 2011, 10, .

C43. Z. Mierczyk, K. Kopczyński, M. Zygmunt, J. Wojtanowski, J. Młyńczak, A. Gawlikowski, A. Młodzianko, W. Piotrowski, A. Gietka, P. Knysak, T. Drozd, M. Muzal, M. Kaszczuk, R. Ostrowski, M. Jakubaszek, , ' Fluorescence/depolarization lidar for mid-range stand-off detection of biological agents ', CLEO/Europe-EQEC, 5943095, , 2011, 10, .

C44. A. S. Bartnik, H. FIEDOROWICZ, R. Jarocki, J. L. KOSTECKI, A. SZCZUREK, M. Szczurek, P. W. Wachulak, ,' EUV induced ablation and surface modifications of solids', Proceedings of SPIE, 8077, 80770H, 2011, 0, .

C45. P. W. Wachulak, G. Balakrishnan, C. Brown, E. Malm, M. Marconi, N. Monserud, ' Single Shot Diffraction Limited Fourier Holography Scheme using a Table top Soft X-ray Laser ' , Bulletin of the American Physical Society, 57, 11, 2012, 10, .

C46. M. Kowalski, M. M. PISZCZEK, M. SZUSTAKOWSKI, ,' Test environment for image synthesis of a single pixel camera', Proceedings of SPIE, 8542, 85421G, 2012, 10, . C47. A. S. Bartnik, H. FIEDOROWICZ, P. W. Wachulak, ,' Lab-scale EUV nano-imaging employing a gas-puff-target source: image quality versus plasma radiation characteristics', Proceedings of SPIE, 8678, 867807, 2012, 10, .

C48. W. M. CIURAPIŃSKI, R. DULSKI, M. SZUSTAKOWSKI, J. Wrobel, M. T. ŻYCZKOWSKI, ,' Security-orientated Plastic Optical Fiber sensor in modalmetric configuration ', 26th European Conference on Solid-State Transducers (Eurosensors), 47, 916-923, 2012, 10, . C49. W. M. CIURAPIŃSKI, R. DULSKI, P. Markowski, M. SZUSTAKOWSKI, J. Wrobel, M. T. ŻYCZKOWSKI, ,' Security-orientated Plastic Optical Fiber sensor in modalmetric configuration ', 26th European Conference on Solid-State Transducers (Eurosensors), 47, 916-923, 2012, 10, .

C50. A. S. Bartnik, H. FIEDOROWICZ, R. Jarocki, J. L. KOSTECKI, A. Szczurek, P. W. Wachulak, T. Feigl, L. Pina, ' Nanoscale imaging using a compact laser plasma EUV source ', AIP Conference Proceedings, 1437, 79-82, 2012, 10, .

C51. A. S. Bartnik, H. FIEDOROWICZ, J. L. KOSTECKI, R. Jarocki, A. Szczurek, P. W. Wachulak, L. Pina, 'X-ray optics for laser-plasma sources: Aplications of intense SXR and EUV radiation pulses ', AIP Conference Proceedings, 1437, 126-131, 2012, 10, .

C52. J. KWIATKOWSKI, M. Michalska(Maciejewska), M. Mamajek, W. PICHOLA, J. ŚWIDERSKI, , ' Eye-safe, pulsed, kW-peak power, high repetition rate, all-fiber MOPA source ', Proceedings of SPIE, 8433, 84331E, 2012, 10, .

C53. L. Gorajek, J. K. JABCZYŃSKI, M. Kaśków, J. KWIATKOWSKI, J. ŚWIDERSKI, W. ŻENDZIAN, , ' A highly efficient resonantly pumped Ho:YAG laser ', Proceedings of SPIE, 8433, 84331J, 2012, 10, .

C54. J. ŚWIDERSKI, M. Eckerle, M. Eichhorn, P. Hubner, S.D. Jackson, G. Maze, ' Highaverage-power actively-mode-locked Tm3+ fiber lasers ', Proceedings of SPIE, 8237, 823740, 2012, 10, 0277-786X.

C55. J. Bareła, R. DULSKI, K. FIRMANTY, M. KASTEK, J. Kucharz, T. SOSNOWSKI, P. TRZASKAWKA, M. T. ŻYCZKOWSKI, ,' Evaluation of range parameters of the cameras for security system protecting the selected critical infrastructure of seaport ', Proceedings of SPIE, 8540, 854006, 2012, 10, .

C56. W. M. CIURAPIŃSKI, R. DULSKI, M. KASTEK, N. PAŁKA, M. SZUSTAKOWSKI, M. T. ŻYCZKOWSKI, I. Gloza, G. Grelowska, K. Listewnik, S. Milewski, 'Multisensor system for the protection of critical infrastructure of seaport ', Proceedings of SPIE, 8388, 83880M, 2012, 10,. C57. J. Bareła, R. DULSKI, K. FIRMANTY, M. KASTEK, J. Kucharz, P. TRZASKAWKA, ,' Determination of range parameters of observation devices ', Proceedings of SPIE, 8541, 85411D, 2012, 10,.

C58. R. DULSKI, M. KASTEK, J. Kucharz, T. PIĄTKOWSKI, T. SOSNOWSKI, P. TRZASKAWKA, , ' Testing of hardware implementation of infrared image enhancing algorithm ', Proceedings of SPIE, 8541, 85411F, 2012, 10, .

C59. G. Bieszczad, S. Gogler, J. Kucharz, H. J. MADURA, T. SOSNOWSKI, A. Zarzycka, , ' Determining the responsivity of microbolometer FPA using variable optical aperture stop ', Proceedings of SPIE, 8541, 85411J, 2012, 10, .

C60. G. Bieszczad, S. Gogler, T. SOSNOWSKI, M. Szymanska, A. Zarzycka, , ' Model of an optical system's influence on sensitivity of microbolometric focal plane array ', Proceedings of SPIE, 8541, 85411K, 2012, 10, .

C61. R. DULSKI, M. KASTEK, T. PIĄTKOWSKI, M. Chamberland, V. Farley, P. Lagueux, ' Multispectral and hyperspectral measurements of soldier's camouflage equipment ', Proceedings of SPIE, 8382, 83820K, 2012, 10, .

C62. J. Bareła, R. DULSKI, K. FIRMANTY, M. KASTEK, P. TRZASKAWKA, ,' Determining detection, recognition and identification ranges of thermal cameras on the basis of laboratory measurements and TTP model ', Proceedings of SPIE, 8355, 83551E, 2012, 10, .

C63. R. DULSKI, M. KASTEK, T. SOSNOWSKI, P. TRZASKAWKA, ,' Testing of infrared image enhancing algorithm in different spectral bands ', Proceedings of SPIE, 8355, 83551F, 2012, 10, .

C64. M. KASTEK, T. PIĄTKOWSKI, H. POLAKOWSKI, A.S. ZAJĄC, ' Investigation of thermal effects caused by interaction of laser radiation with soft tissues ', Proceedings of SPIE, 8354, 83540W, 2012, 10, .

C65. M. KASTEK, T. PIĄTKOWSKI, H. POLAKOWSKI, P. Baranowski, K. Damaziak, J. Malachowski, L. Mazurkiewicz, 'Thermal measurement of brake pad lining surfaces during the braking process', Proceedings of SPIE, 8354, 83540E, 2012, 10, .

C66. M. Kowalski, M. M. PISZCZEK, K. Rutyna, M. T. ŻYCZKOWSKI, , ' Laser Photography System hardware configuration ', Proceedings of SPIE, 8381, 83811M, 2012, 10, .

C67. M. Kowalski, N. PAŁKA, M. M. PISZCZEK, R. T. Ryniec, M. SZUSTAKOWSKI, M. T. ŻYCZKOWSKI, , ' Thermal human phantom for testing of millimeter wave cameras', Proceedings of SPIE, 8362, 83620K, 2012, 10, .

C72. W. M. CIURAPIŃSKI, M. Karol, P. Markowski, M. SZUSTAKOWSKI, M. T. ŻYCZKOWSKI, , ' Integrated radar-camera security system range test ', Proceedings of SPIE, 8361, 83611G, 2012, 10,.

C73. L. Gorajek, J. K. JABCZYŃSKI, M. Kaśków, J. KWIATKOWSKI, J. Tarka, W. ŻENDZIAN, , ' The investigation of transient thermal effects in optical elements under high laser intensities ' , Proceedings of SPIE, 8433, 84331V, 2012, 10, .

C74. J. Mikołajczyk, R. Niedbała, M. Wesołowski, J. Wojtas, D. Szabra, Z. Bielecki, , ' An integrated driver for quantum cascade lasers ', Proceedings of SPIE, 8397, 83970-G1-G7, 2012, 10, .

C75. J. Mikołajczyk, J. Wojtas, M. Gutowska, M. Nowakowski, D. Szabra, B. Rutecka, R. Mędrzycki,, , ' Transmitter for free space optics with integrated driver ', Proceedings of SPIE, 8397, 83970-F1-F6, 2012, 10, .

C76. . Gawron, Z. Bielecki, J. Wojtas, D. Stanaszek, J. Łach, M. Fimiarz, , 'Infrared detection module for optoelectronic sensors ', Proceedings of SPIE, 8353, 8353-125, 2012, 10, . C77. J. Wojtas, R. Mędrzycki, B. Rutecka, J. Mikołajczyk, M. Nowakowski, D. Szabra, M. Gutowska, T. Stacewicz, Z. Bielecki, , 'NO & N2O detection employing cavity enhanced technique ', Proceedings of SPIE, 8374, 837414- 1-8, 2012, 10, .

C74. L. Gorajek, J. K. JABCZYŃSKI, M. Kaśków, J. KWIATKOWSKI, W. ŻENDZIAN, , ' Selfadaptive, closed-loop, diode-pumped Nd:YAG slab laser ', Proceedings of Conference Frontiers in Optics 2012, XXX, FM4G.5, 2012, 10, .

C75. L. Gorajek, J. K. JABCZYŃSKI, M. Kaśków, J. KWIATKOWSKI, W. ŻENDZIAN, , ' Optimization of end-pumped, actively Q-switched quasi-III-level laser ', Proceedings of Conference Laser Science XXVIII, XXX, LW5I2, 2012, 10, .

C76. W. Zendzian, J. Jabczynski, M. Kaskow, L. Gorajek, J. Kwiatkowski, K. Kopczynski, J. Firak, , ' Diode side pumped Nd:YAG slab laser with self-adaptive resonator ', Proceedings of SPIE, 8702, 870208, 2012, 10, .

C77. M. Michalska (Maciejewska), J. Swiderski, W. Zendzian, , 'All-fiber laser transmitter, operating in the eye-safe spectral region: first stage ', Proceedings of SPIE, 8702, 870202, 2012, 10, .

C78. J. Swiderski, M. Michalska (Maciejewska), , ' Supercontinuum generation with the use of nanosecond pulses at the wavelength of 1550nm ', Proceedings of SPIE, 8702, 870205, 2012, 10, .

C79. M. Michalska (Maciejewska), J. Swiderski, , ' Low-loss fiber fusion splicing: a main requirement for the developing of all-fiber laser system technology ', Proceedings of SPIE, 8702, 870206, 2012, 10, .

C80. J. Swiderski, M. Michalska (Maciejewska), W. Pichola, J. Kwiatkowski, M. Mamajek, , ' Gain-switching pulse generation of a thulium-doped fiber laser pumped at 1550nm ', Proceedings of SPIE, 8702, 87020L, 2012, 10, .

C81. J. Marczak, A. Rycyk, A. Sarzyński, M. Strzelec, J. Kusiński, R. Major, , ' Direct laser manufacturing of 1D and 2D micro- and submicro-scale periodic structures ', Proceedings of SPIE, 8703, 87030F, 2012, 10, .

C82. K. Kasuya, W. Mróz, B. Budner, S. Motokoshi, K. Mikami, T. Norimatsu, , ' Comparison of various surface erosions with a variety of laser lights and the applications ', Proceedings of SPIE, 8677, 867719-1 - 86771912, 2013, 10, .

# B. Wykaz monografii naukowych Instytutu Optoelektroniki powstałych w latach 2010-2012

### B1. Wykaz monografii naukowych w języku angielskim

Liczba: 2

Wykaz: / Wydawca, Tytuł monografii, Autorzy z jednostki, Liczba autorów spoza jednostki, Autorzy spoza jednostki, Język, Rok wydania, ISBN, Objętość, /

- MA1. Wydawnictwo-Oficyna Drukarska, Scientific Research Application of Laser in Conservation of Artworks - Posters, J. A MARCZAK, M. STRZELEC, 1, A. Koss, angielski, 2011, 978-83-922954-5-7, 10
- MA2. Wojskowa Akademia Techniczna, Standards for power and energy units of laser radiation, J. OWSIK, 0, , angielski, 2011, 978-83-62954-22-3, 10

### B2. Wykaz monografii naukowych w języku polskim:

Liczba: 5

Wykaz: / Wydawca, Tytuł monografii, Autorzy z jednostki, Liczba autorów spoza jednostki, Autorzy spoza jednostki, Język, Rok wydania, ISBN, Objętość, /

- MP1. Wojskowa Akademia Techniczna, Podstawy elektroniki kwantowej, W. Żendzian, 0, , polski, 2009, 978-83-61486-38-7, 10.
- MP2. Materiały sesji naukowej w Łęczycy, 850 lat w służbie Bogu i ludziom, Archikolegiata Łęczycka w Tumie, J. Marczak, 0, , polski, 2011, 978-03-60348-29-1, 10.
- MP3. Wojskowa Akademia Techniczna, Fluorescencyjne metody i systemy do analiz materiałów biologicznych w czasie rzeczywistym, M. Kwaśny, 0, , polski, 2009, 978-83-61486-23-7, 10.
- MP4. Wyd. WNT, Komputerowe modelowanie zjawisk niszczenia osłon szklanych i ceramicznych, K. Jach, J. Owsik, R. Świerczyński, 0, , polski, 2011, 978-83-204-3701-0, 10.
- MP5. Wyd. Instytut Technologii Eksploatacji Państwowy Instytut Badawczy w Radomiu, Sylwester Damazy Kaliski, M. Hebda, K. Jach, 0, polski, 2011, 978-83-7789-040-0.

### B3.. Wykaz redagowanych monografii wieloautorskich, w których zamieszczono rozdziały opracowane przez pracowników jednostki:

Liczba: 8

Wykaz: / Wydawca, Tytuł monografii, Redaktorzy z jednostki, Rok wydania, ISBN,

- MW1 Wydawnictwo Wojskowej Akademii Technicznej, Rok 2010: OCHRONA PRZED SKUTKAMI NADZWYCZAJNYCH ZAGROŻEŃ, Z. Mierczyk, 2010, 978-83-61486-82-4,
- MW2 Wydawnictwo Wojskowej Akademii Technicznej, Rok 2011: OCHRONA PRZED SKUTKAMI NADZWYCZAJNYCH ZAGROŻEŃ, Z. Mierczyk, 2011, 978-83-62954-09-4,
- MW3 Wydawnictwo Wojskowej Akademii Technicznej, Rok 2012: OCHRONA PRZED SKUTKAMI NADZWYCZAJNYCH ZAGROŻEŃ, Z. Mierczyk, 2012, 978-83-62954-62-9,,
- MW4 InTech, Advances in Solid State Lasers Development and Applications, Mikhail Grishin (Ed.), , 2010, 978-953-7619-80-0, ,

MW5 - Wojskowa Akademia Techniczna, Metrologia w Medycynie - wybrane zagadnienia, , 2011, 978-83-62954-00-1, ,

MW6 InTech, Advanced Holography - Metrology and Imaging, , 2011, 978-953-307-729-1, ,

- MW7 WNT, Technologie inżynierii materiałowej i technologie metrologiczne dla potrzeb polskich protez serca, , 2012, 978-83-63310-04-2
- MW8 Wyd. Centralna Szkoła Państwowej Straży Pożarnej w Częstochowie, Inżynieria Bezpieczeństwa a Zagrożenia Cywilizacyjne, , , 2012, 978-83-927423-6-4

# B4. Wykaz rozdziałów w monografiach naukowych w językach: angielskim, niemieckim, francuskim, hiszpańskim, rosyjskim lub włoskim:

#### Liczba: 5

Wykaz: / Autorzy, Tytuł rozdziału, Monografia, Język, rok wydania. ISSN

- RMA1. J. K. Jabczyński, J. Kwiatkwoski, W. Żendzian, Ł. Gorajek, H. Jelinkova, M. Nemec, J. Sulc, Actively Q- switched Thulium Lasers, w Advances InTech, Advances in Solid State Lasers Development and Applications, Mikhail Grishin (Ed.), angielski, 2010, 978-953-7619-80-0.
- RMA2. P. W. Wachulak, MC Marcon, Two and Three Dimensional Extreme Ultraviolet Holographic Imaging with a Nanometer Spatial Resolution, InTech, Advanced Holography - Metrology and Imaging, angielski, 2011, 978-953-307-729-1
- RMA3. K. Jach, J. Owsik, J. Noga, R. Świerczyński, V. Sobolev, Modeling and diagnostics of destruction process dynamics of transparent brittle materials, w Высокоэнергетическая обработка материалов, National Mining University, 19 K. Marks av. 49000 Dnepropetrovsk, Ukraine, angielski, УДК 539, 1, 2009.
- RMA4. J. Owsik, S. Usherenko, *SDP technology for "green" technology of metallic reinforced nanocomposites, w* Silicon Versus Carbon, Wyd. Springer, angielski, 1, 2009.
- RMA5. J. Wojtas, Detection of optical radiation in NOx optoelectronic sensors employing cavity enhanced absorption spectroscopy, w Optoelectronics – Devices and Applications, Intech Publishers, Vienna, Austria, angielski, 1, 2011.

#### B5. Wykaz rozdziałów w monografiach naukowych w języku polskim:

Liczba: 52

Wykaz: / Monografia, rok wydania, Tytuł rozdziału, Autorzy

- RMP1. OCHRONA PRZED SKUTKAMI NADZWYCZAJNYCH ZAGROŻEŃ, Wydawnictwo WAT (2011), Detekcja symulantów i interferentów bojowych środków biologicznych metodą FTIR, A. Bombalska, M. Zygmunt, M. Kaliszewski, K. Kopczyński, M. Kwaśny, Z. Mierczyk, M. A. Mularczyk-Oliwa, M. Włodarskil.
- RMP2. OCHRONA PRZED SKUTKAMI NADZWYCZAJNYCH ZAGROŻEŃ, Wydawnictwo WAT, (2011), Obiektowy model biznesowy logistyki bezpieczeństwa aglomeracj, E. Kołodziński.
- RMP3. OCHRONA PRZED SKUTKAMI NADZWYCZAJNYCH ZAGROŻEŃ, Wydawnictwo WAT, (2010), Optyczne metody badań pojedynczych cząstek aerozoli biologicznych w czasie rzeczywistym, M. Zygmunt, M. Kaliszewski, K. Kopczyński, M. KwaśnyY, M. Włodarski, G. Feugnet, Z. Mierczyk, OCHRONA PRZED SKUTKAMI NADZWYCZAJNYCH ZAGROŻEŃ (2010), Wydawnictwo WAT, Badania detektorów AlGaN do systemów monitorowania zagrożeń, Z. Mierczyk, M. Włodarski, J. Wojtas, M. Ceremuga.
- RMP4. OCHRONA PRZED SKUTKAMI NADZWYCZAJNYCH ZAGROŻEŃ, Wydawnictwo WAT, (2010), Nanotechnologia wyznacznikiem bezpieczeństwa narodowego, J. Ciosek.
- RMP5. OCHRONA PRZED SKUTKAMI NADZWYCZAJNYCH ZAGROŻEŃ, Wydawnictwo WAT, (2012), Instalacje schronowe, J. Wasilczuk, 0,

- RMP6. OCHRONA PRZED SKUTKAMI NADZWYCZAJNYCH ZAGROŻEŃ, Wydawnictwo WAT, (2010), Zastosowanie struktur plazmonowych do detekcji substancji chemicznych i biologicznych, Z. Mierczyk, P. Nyga, P Głogowski.
- RMP7. OCHRONA PRZED SKUTKAMI NADZWYCZAJNYCH ZAGROŻEŃ, Wydawnictwo WAT, (2010), Optyczne metody wykrywania metanu w powietrzu, K. Kopczyński, M. Kopica, M. Kwaśny, M. Miczuga, Z. Mierczyk,
- RMP8. Metrologia w Medycynie . wybrane zagadnienia, Wydawnictwo WAT (2011), Światło w diagnostyce medycznej, M. Michalska(Maciejewska), 5, L. Gryko, J. Kasprzak, J. Szymańska, L. Urbański, A. Zając,
- RMP9. OCHRONA PRZED SKUTKAMI NADZWYCZAJNYCH ZAGROŻEŃ, Wydawnictwo WAT, (2012), Wykrywanie i identy. fikacja zagrożeń chemicznych, K. KOPCZYŃSKI, M. MICZUGA, J. Pietrzak, R. Owczarek,
- RMP10. OCHRONA PRZED SKUTKAMI NADZWYCZAJNYCH ZAGROŻEŃ, Wydawnictwo WAT, (2010), Doskonalenie skuteczności działania dziedzinowego systemu bezpieczeństwa podmiotu, E. Kołodziński.
- RMP11. OCHRONA PRZED SKUTKAMI NADZWYCZAJNYCH ZAGROŻEŃ, Wydawnictwo WAT, (2010), Optyczne metody badań pojedynczych cząstek aerozoli biologicznych w czasie rzeczywistym, M. Zygmunt, M. Kaliszewski, K. Kopczyński, M. Kwaśny, Z. Mierczyk, M. Włodarski, G Feugnet,
- RMP12. OCHRONA PRZED SKUTKAMI NADZWYCZAJNYCH ZAGROŻEŃ, Wydawnictwo WAT, (2012), Symulacyjna metoda wyznaczania optymalnej dyslokacji elementów aktywnych dziedzinowego systemu bezpieczeństwa, E. Kołodziński, P. Zapert.
- RMP13. OCHRONA PRZED SKUTKAMI NADZWYCZAJNYCH ZAGROŻEŃ, Wydawnictwo WAT, (2012), Komputerowe wspomaganie podejmowania decyzji w zagadnieniach bezpieczeństwa z uwzględnieniem ryzyka, E. Kołodziński, T. Lachowicz, P. Zapert.
- RMP14. OCHRONA PRZED SKUTKAMI NADZWYCZAJNYCH ZAGROŻEŃ, Wydawnictwo WAT, (2012), Wykorzystanie systemu teleinformatycznego wspomagania kierowania ratownictwem medycznym w zakresie wyznaczania kolejności leczenia ratunkowego osób poszkodowanych w zdarzeniu masowym, E. Kołodziński, Ł. Tomczyk.
- RMP15. OCHRONA PRZED SKUTKAMI NADZWYCZAJNYCH ZAGROŻEŃ, Wydawnictwo WAT, (2012), Model biznesowy funkcjonowania rejonowej stacji sanitarno. epidemiologicznej, E. Kołodziński, J. Dzisko, E. Jachimczyk, B. Livingston, V. Panychev.
- RMP16. OCHRONA PRZED SKUTKAMI NADZWYCZAJNYCH ZAGROŻEŃ, Wydawnictwo WAT, (2012), Wodór źródłem energetycznym przyszłości, J. Ciosek, J. Czwartos.
- RMP17. OCHRONA PRZED SKUTKAMI NADZWYCZAJNYCH ZAGROŻEŃ, Wydawnictwo WAT, (2010), Health risks caused by sub. fine particulate emission during laser cleaning, hab. J. Marczak, R Ostrowski, S. Barcikowski.
- RMP18. OCHRONA PRZED SKUTKAMI NADZWYCZAJNYCH ZAGROŻEŃ, Wydawnictwo WAT, (2010), Wpływ zanieczyszczeń środowiskowych na stan powierzchni zabytkowych pokryć dachowych wykonanych z metalu, W. Skrzeczanowski.
- RMP19. OCHRONA PRZED SKUTKAMI NADZWYCZAJNYCH ZAGROŻEŃ, Wydawnictwo WAT, (2010), Priorytetowe kierunki prac naukowo. badawczych w zakresie chemicznych technologii obronnych, G. M. Kałdoński, J. Mierczyk.
- RMP20. OCHRONA PRZED SKUTKAMI NADZWYCZAJNYCH ZAGROŻEŃ, Wydawnictwo WAT, (2011), System ekspertowy analityka bezpieczeństwa regionu, E. Kołodziński, P. Zapert.
- RMP21. OCHRONA PRZED SKUTKAMI NADZWYCZAJNYCH ZAGROŻEŃ, Wydawnictwo WAT, (2011), Optymalizacja decyzji w zagadnieniach bezpieczeństwa powszechnego z zastosowaniem systemów ekspertowych, E. Kołodziński, T. Lachowicz.
- RMP22. OCHRONA PRZED SKUTKAMI NADZWYCZAJNYCH ZAGROŻEŃ, Wydawnictwo WAT, (2011), Segregacja medyczna w zdarzeniach masowych ze wspomaganiem za pomocą systemów ekspertowych, E. Kołodziński, 3, P. Romaniec, R. Ropiak, Ł. Tomczyk.
- RMP23. OCHRONA PRZED SKUTKAMI NADZWYCZAJNYCH ZAGROŻEŃ, Wydawnictwo WAT, (2010), Zastosowanie systemu detekcji BST typu DIAL z przestrajalnymi laserami CO: do wykrywania chemicznych zanieczyszczeń atmosfery, A. Bombalska, M. Kaliszewski, K. Kopczyński, M. KwaśnyY, Z. Mierczyk, M. A. Mularczyk-Oliwa, M. Włodarski, Z Sedláčkova, J Vicenik.
- RMP24. OCHRONA PRZED SKUTKAMI NADZWYCZAJNYCH ZAGROŻEŃ, Wydawnictwo WAT, (2010), Ochrona środowiska przed hałasem generowanym przez agregaty chłodnicze centrów handlowych, J. Wasilczuk.
- RMP25. OCHRONA PRZED SKUTKAMI NADZWYCZAJNYCH ZAGROŻEŃ, Wydawnictwo WAT, (2011), Centrum Inżynierii Bezpieczeństwa Wojskowej Akademii Technicznej, K. Kopczyński, Z. Mierczyk.
- RMP26. OCHRONA PRZED SKUTKAMI NADZWYCZAJNYCH ZAGROŻEŃ, Wydawnictwo WAT, (2011), Bezprzewodowy system łączności optycznej w zakresie spektralnym 8 – 12 um, Z. Bielecki, M. Gutowska, J. A. Mikołajczyk, M. Nowakowski, D. Szabra, J. Wojtas.
- RMP27. OCHRONA PRZED SKUTKAMI NADZWYCZAJNYCH ZAGROŻEŃ (2011) , Wydawnictwo WAT , Układy zatężania par materiałów wybuchowych, Z. Bielecki, J. Mikołajczyk, B. Rutecka, J. Wojtas.
- RMP28. OCHRONA PRZED SKUTKAMI NADZWYCZAJNYCH ZAGROŻEŃ, Wydawnictwo WAT, (2011), Bezpiecznie z nanostrukturami węgla, J. Ciosek.
- RMP29. OCHRONA PRZED SKUTKAMI NADZWYCZAJNYCH ZAGROŻEŃ, Wydawnictwo WAT, (2011), Negatywne skutki opóźnień temperaturowych we wnętrzach masywnych budowli, J. Wasilczuk.
- RMP30. Technologie inżynierii materiałowej i technologie metrologiczne dla potrzeb polskich protez serca (2012), Osadzanie warstw węglowych, metodami plazmowymi, na poliuretanie "ChronoFlex AR/T, W. Mróz, B. Budner, S. Burdyńska, J. Czwartos, A. Prokopiuk, Ł. Major, R. Major, M. Kot, R. Kustosz, T. Rusin.
- RMP31. Rok 2011: OCHRONA PRZED SKUTKAMI NADZWYCZAJNYCH ZAGROŻEŃ , Wydawnictwo WAT, (2011), Analiza charakterystyk reflektancyjnych wybranych materiałów naturalnych mogących służyć do maskowania obiektów, M. Kaszczuk, Z. Mierczyk, M. Zygmunt, T. Drozd, A. Gawlikowski, A. Gietka, P. Knysak, J. Mierczyk, A. Młodzianko, M. Muzal, W. Piotrowski, J. Wojtanowski.
- RMP32. OCHRONA PRZED SKUTKAMI NADZWYCZAJNYCH ZAGROŻEŃ, Wydawnictwo WAT, (2011), Zjawiska fizyczne towarzyszące eksplozji nuklearnej oraz możliwości ich zdalnej detekcji, Z. Mierczyk, M. Zygmunt, T. Drozd, A. Gawlikowski, A. Gietka, M. Kaszczuk, P. Knysak, J. Mierczyk, A. Młodzianko, M. Muzal, W. Piotrowski, J. Wojtanowski.
- RMP33. OCHRONA PRZED SKUTKAMI NADZWYCZAJNYCH ZAGROŻEŃ, Wydawnictwo WAT, (2011), Schronowy zawór przeciwwybuchowy typu automatycznego nowej generacji, Z. Szcześniak, Z. Mierczyk, M. Zygmunt, J. Wasilczuk, S. Wrzesień, G. Bąk, M. Frant, A. Gietka, P. Knysak, S. Onopiuk, B. Pieńko, W. Piotrowski, R. Rekucki, J. Wojtanowski, A. Stolarski.
- RMP34. OCHRONA PRZED SKUTKAMI NADZWYCZAJNYCH ZAGROŻEŃ, Wydawnictwo WAT, (2012), Ocena zagrożenia płynącego ze środowiskowej i zawodowej ekspozycji na metale ciężkie z zastosowaniem metody AAS, M. Długaszek, M. Kaszczuk.
- RMP35. OCHRONA PRZED SKUTKAMI NADZWYCZAJNYCH ZAGROŻEŃ, Wydawnictwo WAT, (2012), Nowe źródła laserowe w ochronie zdrowia i zabytków, R. Ostrowski.
- RMP36. OCHRONA PRZED SKUTKAMI NADZWYCZAJNYCH ZAGROŻEŃ, Wydawnictwo WAT, (2012), LIDAR: technika, urządzenia i zastosowania w dziedzinie monitorowania zagrożeń militarnych i przemysłowych, J. Wojtanowski, Z. Mierczyk, K. Kopczyński, M. Zygmunt, T. Drozd, A. Gawlikowski, A. Gietka, M. Jakubaszek, M. Kaszczuk, P. Knysak, A. Młodzianko, M. Muzal, R. Ostrowski, W. Piotrowski.
- RMP37. OCHRONA PRZED SKUTKAMI NADZWYCZAJNYCH ZAGROŻEŃ, Wydawnictwo WAT, (2012), Wielospektralna głowica laserowa do rozpoznania i analizy elementów terenu z przeznaczeniem do zastosowania na platformach bezzałogowych, M. Kaszczuk, Z. Mierczyk, M. Zygmunt, T. Drozd, A. Gawlikowski, A. Gietka, M. Jakubaszek, P. Knysak, A. Młodzianko, M. Muzal, R. Ostrowski, W. Piotrowski, J. Wojtanowski.

- RMP38. Technologie inżynierii materiałowej i technologie metrologiczne dla potrzeb polskich protez serca, (2012), Osadzanie warstw węglowych, metodami plazmowymi, na poliuretanie "ChronoFlex AR/T, W. Mróz, B. Budner, S. Burdyńska, J. Czwartos, A. Prokopiuk, Ł. Major, R. Major, M. Kot, R. Kustosz, T. Rusin.
- RMP39. Inżynieria Bezpieczeństwa a Zagrożenia Cywilizacyjne , Wyd. Centralna Szkoła Państwowej Straży Pożarnej w Częstochowie, , 2012, Laserowy spektroanalizator emisyjny, J. Owsik, J. Pisarek, A. Rembielińska, J. Walczuk.
- RMP40. Inżynieria Bezpieczeństwa a Zagrożenia Cywilizacyjne, Wyd. Centralna Szkoła Państwowej Straży Pożarnej w Częstochowie, , 2012, Pomiar mikrokoncentracji gazu w atmosferze, J. Owsik, J. Pisarek, A. Rembielińska, J. Walczuk.
- RMP41. Inżynieria Bezpieczeństwa a Zagrożenia Cywilizacyjne , Wyd. Centralna Szkoła Państwowej Straży Pożarnej w Częstochowie, , 2012, Olśniewacz laserowy- użycie i przeciwdziałanie, J. Owsik, A. Rembielińska J. Pisarek.
- RMP42. Metrologia w medycynie, wybrane zagadnienia , Wyd. Centralna Szkoła Państwowej Straży Pożarnej w Częstochowie, , 2011, Zastosowanie technik spektroskopowych w medycynie, ochronie środowiska i bezpieczeństwie państwa, Z. Bielecki, J. Wojtas, J. Mikołajczyk, J. Ładny.
- RMP43. Wybrane zagadnienia współczesnej elektroniki", Wydawnictwo Politechniki Koszalińskiej, 2011, Układy detekcji promieniowania optycznego. Rozdział V, Z. Bielecki.
- RMP44. Biuletyn Departamentu Nauki i Szkolnictwa Wojskowego MON Badania Naukowe w obszarze techniki i technologii obronnych, DNiSW MON, 2011, Optoelektroniczny sensor do wykrywania materiałów wybuchowych, Z. Bielecki, J. Wojtas, J. Mikołajczyk, M. Nowakowski.
- RMP45. Bezkontaktowe metody monitorowania aktywności psychofizjologicznej. Wybór prac własnych", Akademicka Oficyna Wydawnicza Exit, 2011, "Pomiar czynności oddechowej oraz pracy serca przy użyciu czujników światłowodowych", M. Życzkowski.
- RMP46. Monografia pod redakcją Marka Lisieckiego i Bronisława Sitka pt. "Bezpieczeństwo dużych i średnich aglomeracji z perspektywy europejskiej", Wydawnictwo Wyższej Szkoły Gospodarki Euroregionalnej, Matematyczna analiza ryzyka w' zarządzaniu bezpieczeństwem aglomeracji, 2011. E. Kołodziński, T. Lachowicz.
- RMP47. Monografia pod redakcją Juliusza Jakubaszki pt. ..20 lat zimowych spotkań medycyny ratunkowej w Karpaczu", Wrocław, 2011, Analiza skuteczności działania Wojewódzkiego Systemu Ratownictwa w przypadku zdarzeń masowych, *E.* Kołodziński, R. Ropiak, L. Tomczyk.
- RMP48. Monografia pod redakcją Marka Lisieckiego i Bronisława Sitka pt. "Bezpieczeństwo dużych i średnich aglomeracji z perspektywy europejskiej", Wydawnictwo Wyższej Szkoły Gospodarki Euroregionalnej, Model cybernetyczny działań ratownictwa medycznego w przypadku zdarzeń masowych w aglomeracji, 2011, E. Kołodziński, R. Ropiak, L. Tomczyk, P. Zapert.
- RMP49. Monografia pod redakcją Marka Lisieckiego i Bronisława Sitka pt. ..Bezpieczeństwo dużych i średnich aglomeracji z perspektywy europejskiej", Wydawnictwo Wyższej Szkoły Gospodarki Euroregionalnej, Model cybernetyczny zarządzania bezpieczeństwem aglomeracji, 2011, , E. Kołodziński
- RMP50. Optyka biomedyczna, red. Halina Podbielska, Politechnika Wrocławska, 2011, Przegląd laserów, , Z. Mierczyk. M. Kwaśny. J. Mierczyk.
- RMP51. Aparatura i aplikacje kliniczne , Optyka biomedyczna, red. Halina Podbielska, Politechnika Wrocławska, 2011 , Fotodiagpiostyka medyczna w czasie rzeczywistym., M. Kwaśny.
- RMP52. Optyka biomedyczna, red. Halina Podbielska, Politechnika Wrocławska, 2011, Zastosowanie wybranych metod optycznych w praktyce stomatologicznej, A. Mielczarek. M. Kwaśny.

Załącznik nr 2.

Wykaz projektów badawczych prowadzonych w Instytucie Optoelektroniki w latach 2010-2013

# A. Wykaz projektów finansowanych ze źródeł zagranicznych z Programów Unii Europejskiej

Nr porządkowy, Numer projektu, Tytuł projektu, Kierownik projektu, Data rozpoczęcia, Data zakończenia, Instytucja finansująca, Nazwa programu

M1, Contract 020786, A low cost and fully passive Terahertz inspection system based on nanotechnology for security application (TERAEYE), dr Maciej Mroczkowski, 01/01/2007, 31/12/2010, Komisja Wspólnot Europejskich, Szósty Program Ramowy

M2, PRUE/31-322/2008/WAT, Extreme Light Infrastructure - ELI, prof. dr hab. Henryk FIEDOROWICZ, 01/11/2007, 31/10/2010, Komisja Wspólnot Europejskich, Siódmy Program Ramowy

M3, Decyzja nr 781/6.PRUE/2008/7, Niskokosztowy, pasywny, terahercowy oparty o nanotechnologię system kontroli dla potrzeb bezpieczeństwa, dr Maciej Mroczkowski, 01/01/2007, 31/12/2010, Ministerstwo Nauki i Szkolnictwa Wyższego, Szósty Program Ramowy M4, Umowa grantu nr 228334, Połączenie CP z CSA Działania Integracyjne/Infrastruktury Elektroniczne/Faza Przygotowawcza Laserlab- EUROPE, prof. dr hab. Henryk FIEDOROWICZ, 01/03/2009, 31/12/2012, Komisja Wspólnot Europejskich, Siódmy Program Ramowy M5, Decyzja 1409/6. PR UE/2010/7, Niskokosztowy, pasywny, terahercowy, oparty o nanotechnologie system kontroli dla potrzeb bezpieczeństwa, dr Norbert PAŁKA, 01/01/2010, 31/12/2010, Ministerstwo Nauki i Szkolnictwa Wyższego, Szósty Program Ramowy M6, Umowa grantu nr 284464, Laserlab Europe, prof. dr hab. Henryk FIEDOROWICZ, 01/06/2012, 31/12/2015, Komisja Wspólnot Europejskich, Siódmy Program Ramowy M7. E/117/2007/2008, Badania in vivo integracji z tkanką kostną implantów pokrytych nanokompozytowymi warstwami złożonymi z warstwy dyfuzyjnej z azotku tytanu i hydroksyapatytów domieszkowanych bioelementami i bioszkłami, dr. Waldemar Mróz, 30/10/2007-30/10/2011, Program Eureka

## B. Wykaz projektów finansowanych ze innych źródeł zagranicznych

/MD. Numer projektu, Tytuł projektu, Kierownik projektu, Data rozpoczęcia /

MD1. WND- POIG.01.03.01- 00-159/08-00, Innowacyjne technologie wielofunkcyjnych materiałów i struktur dla nanoelektroniki, fotoniki, spintroniki i techniki sensorowych (InTechFun)., dr Krzysztof KOPCZYŃSKI, 26/02/2009

MD2. WND- POIG.02.01.00-14-168/08-00, Centrum Zaawansowanych Materiałów I Technologii, prof. dr hab. Henryk FIEDOROWICZ, 18/12/2009

MD3. WND- POIG.02.01.00-14-095/09-00, Rozbudowa bazy laboratoryjnej Instytutu Optoelektroniki Wojskowej Akademii Technicznej, dr Mirosław Szczurek, 01/04/2009 MD4. CONTRACT A-0691-RT-GC, Technologia zaawansowanych hełmów I urządzeń indywidualnej ochrony (AHEAD), dr Krzysztof KOPCZYŃSKI, 07/01/2009

MD5. CONTRACT A-0690-RT-GC, Wysoko energetyczna broń laserowa przeciwko zagrożeniom z powietrza (ADHELW), dr Krzysztof KOPCZYŃSKI, 27/01/2009 MD6. VENTURES/2011-8/5, Światłowodowy nadajnik laserowy wykonany w technologii all-fiber, generujacy promieniowanie w paśmie widmowym "bezpiecznym dla wzroku", Maria Michalska(Maciejewska), 01/04/2012

MD7. 257/12/09/FIN, Opracowanie charakterystyk temperaturowych czujników zbudowanych na bazie światłowodowych siatek Bragga (FBG), prof. dr hab. Henryk FIEDOROWICZ, 08/12/2009

MD8. INT/WAT-02/08/2010, Wdrożenie innowacyjności w firmie INTERMET przez realizację badań przemysłowych w celu zdobycia nowej wiedzy i opracowaniu nowych produktów I procesów w obszarze inżynierii bezpieczeństwa w zakresie projektowania i

budowania modułowych systemów ochrony obiektów infrastruktury krytycznej, dr Krzysztof KOPCZYŃSKI, 02/08/2010

MD9. DECYZJA NR 724/N- MIFL/2010/0, Laserowe układy światłowodowe generujące promieniowanie w zakresie widmowym średniej podczerwieni z przeznaczeniem do zastosowań w technice wojskowej, medycynie i ochronie środowiska., dr Jacek ŚWIDERSKI, 20/05/2010

## C. Wykaz projektów finansowanych ze źródeł krajowych

P., Numer projektu, Tytuł projektu, Kierownik projektu, Data rozpoczęcia, Data zakończenia, Data zakończenia, Instytucja finansująca, Nazwa programu

P1. , 2168/B/T00/2010/39, Analiza doboru układu zasilania, sterowania i chłodzenia do laserów kaskadowych, dr Janusz Andrzej MIKOŁAJCZYK, 27/09/2010, 26/09/2013, 26/09/2013, Ministerstwo Nauki i Szkolnictwa Wyższego, Konkurs Projektów Badawczych P2. , 2170/B/T00/2010/39, Analiza możliwości wykrywania niebezpiecznych materiałów za pomocą metod spektroskopowych wykorzystujących przestrajane lasery kaskadowe., dr Dariusz Michał SZABRA, 30/09/2010, 29/09/2013, 29/09/2013, Ministerstwo Nauki i Szkolnictwa Wyższego, Konkurs Projektów Badawczych

P3., 4188/B/T00/2010/40, Badania czasów życia fluorescencji symulatorów i interferentów bojowych środków biologicznych metodą stroboskopową, dr Miron Zygmunt Kaliszewski Vel Kieliszewski, 16/05/2011, 15/05/2014, 15/05/2014, Narodowe Centrum Badań i Rozwoju, Konkurs Projektów Badawczych

P4., UMO-2011/01/N/ST8/04109, Badania niskostratnego sposobu łączenia włókien optycznych I wykonywania wybranych komponentów światłowodowych., Maria Michalska(Maciejewska), 12/12/2011, 11/12/2013, 11/12/2013, Narodowe Centrum Nauki Kraków, Konkurs na finansowanie projektów badawczych

P5., 0766/B/T00/2009/36, Badania procesorów kodowania oraz transmisji sygnałów spektroskopowych w systemie zdalnego wykrywania materiałów wybuchowych metodą, dr Jacek JANUCKI, 30/03/2009, 29/09/2010, 29/09/2010, Ministerstwo Nauki i Szkolnictwa Wyższego, Konkurs Projektów Badawczych

P6. , UMO-2011/03/B/ST7/00256, Badania wpływu zjawisk laserowych i optycznych z wykorzystaniem pompującego tulowego lasera światłowodowego dużej mocy na uzyskanie wydajnej generacji laserowej w hybrydowych impulsowych laserach Ho:YLF wykonanych w konfiguracji MOPA, dr Jacek KWIATKOWSKI, 30/08/2012, 29/08/2014, 29/08/2014, Narodowe Centrum Nauki Kraków, Konkurs na finansowanie projektów badawczych P7. , UMO-2011/03/N/ST7/03401, Badanie procesu zatężania I dekompozycji w optoelektronicznym sensorze par materiałów wybuchowych, Beata Rutecka, 07/08/2012, 06/02/2015, 06/02/2015, Narodowe Centrum Nauki Kraków, Konkurs na finansowanie projektów badawczych realizowanych przez osoby rozpoczynające karierę naukową P8. , DOBR/0027/R/ID1/2012/03, Celownik termowizyjny kompatybilny z systemem C4ISR ISW TYTAN, zintegrowany z wyświetlaczem nahełmowym, modułem laserowego systemu identyfikacji "swój-obcy" (IFF) z możliwością zdalnego sterowania głównymi funkcjami celownika., dr Tomasz Kazimierz SOSNOWSKI, 19/12/2012, 18/12/2015, 18/12/2015, Narodowe Centrum Badań i Rozwoju, Projekty Badawcze Rozwojowe P9. , WND-POIG.02.01.00-14- 168/08-00, Centrum Zaawansowanych Materiałów I

Technologii, prof. dr hab. Henryk FIEDOROWICZ, 17/09/2009, 31/12/2013, 31/12/2013, Narodowe Centrum Badań i Rozwoju, Program Operacyjny Innowacyjna Gospodarka P10., 0762/B/T00/2009/36, Eksperymentalna i teoretyczna weryfikacja dynamicznych własności tantalu - materiału na wkładki kumulacyjne w ładunkach EFP., prof. dr hab. Karol Edward JACH, 12/03/2009, 11/03/2011, 11/03/2011, Ministerstwo Nauki i Szkolnictwa Wyższego, Konkurs Projektów Badawczych

P11. , PBS1/B3/2 /2012, Emitery i detektory podczerwieni nowej generacji do zastosowań w urządzeniach do detekcji śladowych ilości zanieczyszczeń gazowych, prof. dr hab. Zbigniew BIELECKI, 01/10/2012, 30/09/2015, 30/09/2015, Narodowe Centrum Badań i Rozwoju, Program Badań Stosowanych

P12. , NR02-0019-10/2011, Femtosekundowy laser terawatowy bazujący na wzmacnianiu parametrycznym., prof. dr hab. Henryk FIEDOROWICZ, 01/01/2011, 31/12/2013, 31/12/2013, Narodowe Centrum Badań i Rozwoju, Projekty Badawcze Rozwojowe P13. , 676/E-410/STUP/6/2011, Finansowanie stypendium naukowego decyzją Ministra z dnia 20.10.2011 dla wybitnego młodego naukowca, dr Przemysław Wojciech Wachulak, 30/11/2011, 31/10/2014, 31/10/2014, Ministerstwo Nauki i Szkolnictwa Wyższego, Finansowanie w latach 2011-2014 stypendium naukowego dla wybitnego młodego naukowca

P14. , WND-POIG.01.03.01-00-159/08-00, Innowacyjne technologie wielofunkcyjnych materiałów i struktur dla nanoelektroniki, fotoniki, spintroniki i techniki sensorowych (InTechFun)., dr Krzysztof KOPCZYŃSKI, 26/02/2009, 31/12/2013, 31/12/2013, Narodowe Centrum Badań i Rozwoju, Program Operacyjny Innowacyjna Gospodarka P15. , 0092/R/T/2009/09, Kamera termowizyjna na zakres 8-12um z matrycą detektorów 640x480 dla przyrządów obserwacyjnych i platform bojowych, dr Tomasz Kazimierz SOSNOWSKI, 08/12/2009, 07/12/2011, 07/12/2011, Ministerstwo Nauki i Szkolnictwa Wyższego, Projekty Badawcze Rozwojowe

P16., 0026/R/T00/2009/08, Kamera termowizyjna z matrycowym detektorem fotonowym do systemów obserwacyjnych nowoczesnego uzbrojenia, dr hab. Henryk Jan MADURA, 01/09/2009, 31/08/2011, 31/08/2011, Ministerstwo Nauki i Szkolnictwa Wyższego, Projekty Badawcze Rozwojowe

P17. , DOBR/033/R/ID1/2012/03, Kamery obserwacyjno- rozpoznawcze o szerokim zakresie natężenia światła LLL/CCD TV komatybilne z systemem C4ISR ISW TYTAN, dr hab. Henryk Jan MADURA, 19/12/2012, 18/10/2015, 18/10/2015, Narodowe Centrum Badań i Rozwoju, Projekty Badawcze Rozwojowe

P18., 0054/R/TOO/2009/08, Laserowa modyfikacja nanostruktur do aerozoli o selektywnej transmisji w podczerwieni, dr Piotr Nyga, 20/09/2009, 28/09/2011, 28/09/2011, Ministerstwo Nauki i Szkolnictwa Wyższego, Projekty Badawcze Rozwojowe

P19. , 2326/B/T02/2011/40, Laserowe interferencyjne kształtowanie warstw powierzchni metali, dr hab. Jan Andrzej MARCZAK, 13/06/2011, 12/06/2014, 12/06/2014, Narodowe Centrum Badań i Rozwoju, Konkurs Projektów Badawczych

P20. , DECYZJA NR 724/N- MIFL/2010/0, Laserowe układy światłowodowe generujące promieniowanie w zakresie widmowym średniej podczerwieni z przeznaczeniem do zastosowań w technice wojskowej, medycynie i ochronie środowiska., dr Jacek ŚWIDERSKI, 20/05/2010, 20/05/2013, 20/05/2013, Ministerstwo Nauki i Szkolnictwa Wyższego, Program NATO Mid-Infrared Fiber Lasers

P21. , Decyzja816/N- COST/2010/0, Laserowo-plazmowe źródła promieniowania rentgenowskiego i skrajnego nadfioletu (EUV) do zastosowań w badaniach materiałowych, nanotechnologii i biomedycynie., prof. dr hab. Henryk FIEDOROWICZ, 30/11/2010, 31/12/2012, 31/12/2012, Ministerstwo Nauki i Szkolnictwa Wyższego, COST MP0601 P22. , 0147/R/T00/2010/12, Laserowy system do zdalnego wykrywania materiałów wybuchowych i innych substancji niebezpiecznych metodą spektroskopii plazmy wzbudzanej laserowo, dr Jacek JANUCKI, 10/12/2010, 09/12/2012, 09/12/2012, Ministerstwo Nauki i Szkolnictwa Wyższego, Projekty Badawcze Rozwojowe

P23. , N R02 0052 06/2009, Laserowy system zdalnej detekcji zanieczyszczeń atmosfery na przykładzie wykrywania metanu i amoniaku., dr Mirosław Jan KOPICA, 01/08/2009, 31/01/2012, 31/01/2012, Ministerstwo Nauki i Szkolnictwa Wyższego, Projekty Badawcze Rozwojowe

P24. , UMO-2011/03/D/ST2/00296, Mikroskopia w zakresie skrajnego nadfioletu oraz miękkiego promieniowania rentgenowskiego, dr Przemysław Wojciech Wachulak, 10/08/2012, 09/08/2015, 09/08/2015, Narodowe Centrum Nauki Kraków, Konkurs na finansowanie projektów badawczych realizowanych przez osoby rozpoczynające karierę

#### naukową, posiadające stopień naukowy doktora

P25. , 0031/R/IDI/2011/01, Mobilne laboratorium do poboru próbek środowiskowych i identyfikacji zagrożeń biologicznych, dr Krzysztof KOPCZYŃSKI, 28/12/2011, 27/12/2014, 27/12/2014, Narodowe Centrum Badań i Rozwoju, Projekty Badawcze Rozwojowe P26. , INNOTECH- KI/INI/4/156909/NCBR/12, Modułowa głowica lasera impulsowego z kompensacją efektów cieplnych do zastosowań w znakowarkach laserowych, prof. dr hab. Jan Karol JABCZYŃSKI, 30/05/2012, 31/08/2013, 31/08/2013, Narodowe Centrum Badań i Rozwoju, INNOTECH

P27. , 2825/B/T00/2010/40, Nanostruktury plazmowe do wzmacniania sygnatur spektralnych materiałów biologicznych, dr Bartłomiej Jerzy Jankiewicz, 28/04/2011, 27/04/2013, 27/04/2013, Narodowe Centrum Badań i Rozwoju, Konkurs Projektów Badawczych

P28., LIDER/23/22/L- 3/11/NCBR/2012, Nanostruktury plazmonowe do zastosowan w fotowoltaice i optoelektronice, dr Piotr Nyga, 01/10/2012, 30/09/2015, 30/09/2015, Ministerstwo Nauki i Szkolnictwa Wyższego, LIDER

P29., 0021/R/ID2/2011/01, Nowoczesne technologie dla/w procesie karnymi ich wykorzystanie - aspekty techniczne, kryminalistyczne, kryminologiczne I prawne., prof. dr hab. Mieczysław SZUSTAKOWSKI, 28/12/2011, 27/06/2014, 27/06/2014, Narodowe Centrum Badań i Rozwoju, Projekty Badawcze Rozwojowe

P30. , 1749/B/H03/2010/39, Oddziaływanie silnych impulsów skrajnego nadfioletu, wytwarzanych w laserowo-plazmowym źródle promieniowania , z polimerami i dielektrykami nieorganicznymi: wpływ doświetlania promieniowaniem laserowym na efektywność oddziaływania., dr Andrzej Stanisław Bartnik, 30/09/2010, 29/09/2012, 29/09/2012, Ministerstwo Nauki i Szkolpictwa Wytzzego, Konkurs Projektów Badawczych

Ministerstwo Nauki i Szkolnictwa Wyższego, Konkurs Projektów Badawczych P31., PBS1/B3/5/ 2012, Opracowanie głowicy skanującej z układami nadawczoodbiorczymi nowej generacji do wieleospektralnego laserowego profilometru reflektancyjnego umożliwiającego określanie rzeźby i charakterystyk fizykochemicznych pokrycia terenu . Do zastosowania na platformie powietrznej., dr Wiesław Jan PIOTROWSKI, 01/11/2012, 30/04/2015, 30/04/2015, Narodowe Centrum Badań i Rozwoju, Program Badań Stosowanych

P32., 1688/7.PR UE/2011/2, Opracowanie i badania tarcz gazowych do zastosowań w eksperymentach oddziaływania ultrakrótkich impulsów laserowych wielkiej mocy z materią, prof. dr hab. Henryk FIEDOROWICZ, 01/01/2010, 31/12/2010, 31/12/2010, Ministerstwo Nauki i Szkolnictwa Wyższego, Siódmy Program Ramowy

P33., 0049/R/T00/2009/09, Opracowanie i wykonanie dalmierza "bezpiecznego dla oka" z zastosowaniem mikrolaserowego nadajnika 1.5um, dr Wiesław Jan PIOTROWSKI, 16/12/2009, 15/12/2011, 15/12/2011, Ministerstwo Nauki i Szkolnictwa Wyższego, Projekty Badawcze Rozwojowe

P34. , 0037/R/TOO/2009/08, Opracowanie laserowego systemu rozpoznania elementów terenu i ich własności fizyko- chemicznych w formacie 3D wraz z technologią analizy i identyfikacji danych do zastosowań na platformach bez załogowych, dr Wiesław Jan PIOTROWSKI, 15/09/2009, 14/09/2011, 14/09/2011, Ministerstwo Nauki i Szkolnictwa Wyższego, Projekty Badawcze Rozwojowe

P35., 0007/R/IDI/2011/01, Opracowanie metod technologii wspomagania ochrony perymetrycznej terenów granicznych i portów lotniczych w oparciu o zaawansowaną analizę sygnałów akustycznych i obrazów wizyjnych., prof. dr hab. Mieczysław SZUSTAKOWSKI, 28/12/2011, 27/06/2014, 27/06/2014, Narodowe Centrum Badań i Rozwoju, Projekty Badawcze Rozwojowe

P36. , 0012/R/T00/2009/09, Opracowanie modelu przedziału sterowania z elektrycznym proporcjonalnym wychylaniem sterów przeznaczonego do przenośnego przeciwlotniczego zestawu rakietowego "GROM-M"., dr hab. Jan Aleksander OWSIK, 22/12/2009, 21/12/2011, 21/12/2011, Ministerstwo Nauki i Szkolnictwa Wyższego, Projekty Badawcze Rozwojowe P37. , 0028/R/Too/2009/07, Opracowanie optoelektronicznego czujnika par materiałów wybuchowych, dr Jacek Sebastian WOJTAS, 09/07/2009, 09/07/2011, 09/07/2011,

#### Ministerstwo Nauki i Szkolnictwa Wyższego, Projekty Badawcze Rozwojowe

P38., 0178/R/T00/2010/12, Opracowanie projektu i budowa demonstratora systemu wykrywania i identyfikacji niebezpiecznych materiałów chemicznych, dr Krzysztof KOPCZYŃSKI, 07/12/2010, 06/12/2012, 06/12/2012, Ministerstwo Nauki i Szkolnictwa Wyższego, Projekty Badawcze Rozwojowe

P39., 0765/B/T00/2009/36, Opracowanie technologii wykonania wielosektorowego wysokostabilnego promiennika podczerwieni dla stanowiska do badań rozdzielczości termicznej wojskowych kamer termowizyjnych., dr Henryk POLAKOWSKI, 17/03/2009, 16/11/2010, 16/11/2010, Ministerstwo Nauki i Szkolnictwa Wyższego, Konkurs Projektów Badawczych

P40. , PBS1/B5/16/2012, Opracowanie warunków wytwarzania spinela magnezowego MgA1204, skandowo-magnezowego ScMgA104, oraz szkła Er,Yb, do zastosowania w mikrolaserach dalmierczych., dr Jarosław Szymon MŁYŃCZAK, 01/10/2012, 30/09/2015, 30/09/2015, Narodowe Centrum Badań i Rozwoju, Program Badań Stosowanych

P41. , PBS1/A3/7/ 2012, Optoelektroniczny system sensorów markerów chorobowych., prof. dr hab. Zbigniew BIELECKI, 01/10/2012, 30/09/2015, 30/09/2015, Narodowe Centrum Badań i Rozwoju, Program Badań Stosowanych

P42., 0164/R/T00/2010/12, Optoelektroniczny, wielowidmowy system wspomagający lądowanie samolotów., dr hab. Henryk Jan MADURA, 27/12/2010, 26/12/2012, 26/12/2012, Ministerstwo Nauki i Szkolnictwa Wyższego, Projekty Badawcze Rozwojowe

P43., 3450/B/T02/2009/36, Pompowany koherentnie przestrajalny laser Cr:ZnSe generujacy w obszarze średniej podczerwieni., prof. dr hab. Jan Karol JABCZYŃSKI, 29/05/2009, 28/05/2011, 28/05/2011, Ministerstwo Nauki i Szkolnictwa Wyższego, Konkurs Projektów Badawczych

P44. , 0179/R/T00/2010/12, Prekoncentratory i detektory do wysokoczułych sensorów wybranych gazów niebezpiecznych., prof. dr hab. Zbigniew BIELECKI, 06/12/2010, 05/12/2012, 05/12/2012, Narodowe Centrum Badań i Rozwoju, Projekty Badawcze Rozwojowe

P45. , HOM/2009/14B, Prowadzenie badań naukowych w ramach programu Powroty (Homing),na okres 24 miesięcy, dr Przemysław Wojciech Wachulak, 01/10/2009, 30/09/2011, 30/09/2011, Fundacja na rzecz Nauki Polskiej, Program Powroty (Homing) P46. , LIDER/04/198/L-1/09/NCBiR, Światłowodowy generator supercontinuum w zakresie średniej podczerwieni, dr Jacek ŚWIDERSKI, 04/04/2010, 31/03/2013, 31/03/2013, Narodowe Centrum Badań i Rozwoju, LIDER

P47., PBS1/B3/10/2012, Ręczny fotoradar laserowy., dr Jacek Dominik WOJTANOWSKI, 01/11/2012, 30/04/2015, 30/04/2015, Narodowe Centrum Badań i Rozwoju, Program Badań Stosowanych

P48. , DOBR/0070/R/ID1/2012/ 03, System monitorowania integralności łącza światłowodowego w celu ochrony przed nieautoryzowanym dostępem do informacji niejawnych., dr Marek Tomasz ŻYCZKOWSKI, 19/12/2012, 18/12/2015, 18/12/2015, Narodowe Centrum Badań i Rozwoju, Projekty Badawcze Rozwojowe

P49. , 0R00 0082 12, System obrony aktywnej do ochrony obiektów mobilnych przed pociskami z głowicami kumulacyjnymi, dr Marek ZYGMUNT, 01/11/2010, 30/09/2013, 30/09/2013, Narodowe Centrum Badań i Rozwoju, Projekty Badawcze Rozwojowe P50. , 0027/R/T00/2009/09, System ostrzegania przed opromieniowaniem laserowym dla pojedynczego żołnierza z elementami identyfikacji swój-obcy., dr Marek ZYGMUNT, 21/12/2009, 20/12/2011, 20/12/2011, Ministerstwo Nauki i Szkolnictwa Wyższego, Projekty Badawcze Rozwojowe

P51. , INNOTECH- K1/INI/24/153656/NCBR/12, System zdalnego wykrywania par alkoholu w poruszających się pojazdach., dr Krzysztof KOPCZYŃSKI, 01/05/2012, 30/04/2015, 30/04/2015, Narodowe Centrum Badań i Rozwoju, INNOTECH

P52., 0034/R/T00/2010/12, Terahercowy system wykrywania "nasobnych" materiałów niebezpiecznych, dr Norbert PAŁKA, 06/12/2010, 05/12/2012, 05/12/2012, Ministerstwo Nauki i Szkolnictwa Wyższego, Projekty Badawcze Rozwojowe

P53. , DOBR/0017/R/ID1/2012/ 03, Uprawnienie procesu odprawy granicznej osób przy wykorzystaniu biometrycznych urządzeń do samokontroli środków transportu przekraczających granicę zewnętrzną UE., prof. dr hab. Mieczysław SZUSTAKOWSKI, 20/12/2012, 19/06/2015, 19/06/2015, Narodowe Centrum Badań i Rozwoju, Projekty Badawcze Rozwojowe

P54. , PBS1/A9/11/2012, Wielopikselowy detektor promieniowania THz zrealizowany z wykorzystaniem selektywnych tranzystorów MOS i jego zastosowanie w biologii, medycynie i systemach bezpieczeństwa., dr PRZEMYSŁAW PIOTR ZAGRAJEK, 01/11/2012, 31/10/2015, 31/10/2015, Narodowe Centrum Badań i Rozwoju, Program Badań Stosowanych

P55. , 1158/B/TOO/2009/36, Wielospektralny optoelektroniczny czujnik gazu działający w oparciu o metodę spektroskopii strat we wnęce optycznej., dr Jacek Sebastian WOJTAS, 18/05/2009, 17/05/2011, 17/05/2011, Ministerstwo Nauki i Szkolnictwa Wyższego, Konkurs Projektów Badawczych

P56., UMO-2011/03/D/ST5/06038, Wpływ budowy plazmonowych monostruktur core-shell na bazie tlenku tytanu i metali szlachetnych na ich właściwości optyczne i fotoelektryczne, dr Bartłomiej Jerzy Jankiewicz, 28/08/2012, 27/04/2016, 27/04/2016, Narodowe Centrum Nauki Kraków, Konkurs na finansowanie projektów badawczych realizowanych przez osoby rozpoczynające karierę naukową, posiadające stopień naukowy doktora

P57., 0201/B/T00/2010/40, Zdalna identyfikacja materiałów niebezpiecznych w paśmie terahercowym, dr Norbert PAŁKA, 13/04/2011, 12/04/2013, 12/04/2013, Narodowe Centrum Badań i Rozwoju, Konkurs Projektów Badawczych

P58., 3135/B/T00/2010/38, Zespoły membrana-elektrody (MEA) implantowane materiałem katalitycznym w warstwie przypowierzchniowej metodą PLD dla potrzeb ogniw paliwowych., dr Waldemar Łukasz MRÓZ, 19/05/2010, 18/05/2013, 18/05/2013, Ministerstwo Nauki i Szkolnictwa Wyższego, Konkurs Projektów Badawczych

P59. , 0028/R/T00/2010/12, Zintegrowany , wieloczujnikowy system monitoringu i ochrony portu morskiego, prof. dr hab. Mieczysław SZUSTAKOWSKI, 10/12/2010, 09/12/2012, 09/12/2012, Ministerstwo Nauki i Szkolnictwa Wyższego, Projekty Badawcze Rozwojowe P60. , 0003/R/T00/2010/12, Zintegrowany system fotografii laserowej do monitoringu otwartych przestrzeni I zapobieganiu zagrożeniom terrorystycznym., dr Marek Marcin PISZCZEK, 07/12/2010, 06/12/2012, 06/12/2012, Ministerstwo Nauki i Szkolnictwa Wyższego, Projekty Badawcze Rozwojowe

P61. , 1"A"/AR/2011, Badanie parametrów pasywnych modułów

YAG:Cr,Mg,YAG:V,YAG:Co,Si, dr Krzysztof KOPCZYŃSKI, 03/01/2011, 30/09/2011, 30/09/2011, Narodowe Centrum Badań i Rozwoju, Projekty badawcze rozwojowe P62., 62/AR/2010, Pasywne modulatory dobroci rezonatorów laserowych, dr Krzysztof KOPCZYŃSKI, 02/11/2010, 29/04/2011, 29/04/2011, Narodowe Centrum Badań i Rozwoju, Projekty badawcze rozwojowe

P63. , NBZ/188/2012, Opracowanie założeń na wykonanie celownika termowizyjnego CTP-1, prof. dr hab. Zygmunt Mierczyk, 18/04/2012, 30/03/2013, 30/03/2013, Narodowe Centrum Badań i Rozwoju, Projekty badawcze rozwojowe

P64. , N51500132/0133, Opracowanie, optymalizacja i badanie właściwości układu laserowego: diodowy generator zadający - włóknowy wzmacniacz mocy generującego impulsy promieniowania o zmiennym czasie trwania, dr Jacek ŚWIDERSKI, 03/04/2007, 02/04/2009, 02/04/2009, MNiSW, Projekty Badawcze Własne

P65. , R00-O0025/3, Przenośny optoelektroniczny czujnik NOx do monitoringu atmosfery, Prof. Zbigniew Bielecki, 24/07/.2007, 23/01/2010, 23/01/2010, MNiSW, Projekty badawcze rozwojowe

P66. , 12-310, Stanowisko do badań czułości widmowej detektorów promieniowania o długości fali 13,5 nm na potrzeby nanolitografii, Dr Janusz Mikołajczyk, 16/05/2008, 15/05/2010, 15/05/2010, MNiSW, Projekty Badawcze Własne

P67., 431, Opracowanie optoelektronicznego sensora przeznaczonego do wykrywania obecności materiałów wybuchowych, Prof. Zbigniew Bielecki, 01/09/2008, 02/11/2010, 02/11/2010, Departament Nauki i Szkolnictwa Wyższego MON, Praca Badawcza umowna

P68. , O R00 0086 06, Bezprzewodowy system łączności optycznej w zakresie 8-18 μm, Dr Mirosław Nowakowski, 28/11/2008, 27/11/2010, 27/11/2010, MNiSW, Projekty badawcze rozwojowe

P69., 201, Monitoringu, identyfikacja i przeciwdziałania zagrożeniom bezpieczeństwa obywateli: zadania 4.2, Prof. Zbigniew Bielecki, 19/10/2007, 19/10/2010, 19/10/2010, MNiSW, Projekt badawczy zamawiaony

P70., O R00002807, Opracowanie optoelektronicznego czujnika par materiałów wybuchowych, Dr Jacek Wojtas, 09/07/2009, 08/07/2011, 08/07/2011, MNiSW, Projekty badawcze rozwojowe

P71. , 07/G017/T02/2007NR PBZ-MNiSzW 02/-I/2007, Układy detekcji gazów i modulowanego promieniowania laserowego w obszarze podczerwieni, dr Mirosław Kwaśny, 02/01/2008, 17/11/2010, 17/11/2010, MNiSW, Projekt badawczy zamawiaony P73. , K 147/T02/2007 NR PBZ-MniSW-DBO-03/I/2007, Zdalne wykrywanie i identyfikacja skażeń biologicznych z wykorzystaniem zaawansowanych metod optoelektronicznych, dr Krzysztof Kopczyński, 13/11/2007, 12/03/2011, 12/03/2011, MNiSW, Projekt badawczy zamawiany

P74., 0076/R/T00/2008/06, Zdalne wykrywanie i identyfikacja wybranych przemysłowych zanieczyszczeń atmosfery, dr Krzysztof Kopczyński, 08/12/2008, 07/04/2011, 07/04/2011, MNiSW, Projekty badawcze rozwojowe

P74., 358/ERA\_NET/2009, Nowe kompozyty węglowo-hydroksyapatytowe na podłożach metalicznych stosowanych w medycynie, W.Mróz, 13/02/2009, 12/02/2012, 12/02/2012, MNiSW, zadanie w projkecie ERA-NET

P75. , 5/02.WK/PO1/2008, Polskie Sztuczne Serce, W.Mróz, 20/8/2008, 31/12/2010, 31/12/2010, MNiSW, strategiczny projekt badwczy

P76. , N N515 4148 34 , Badania lasera Er:YAG generującego w zakresie bezpiecznym dla wzroku, pobudzanego diodami bezpośrednio na górny poziom laserowy, z ośrodkiem czynnym o geometrii typu 'fiber rod, W. Zendzian , 2008, 2010, MNiSW, Projekty Badawcze Własne

### D. Wykaz Prac Badawczych Statutowych

P., Numer projektu, Tytuł projektu, Kierownik projektu, Data rozpoczęcia, Data zakończenia, Data zakończenia, Instytucja finansująca, Nazwa programu

PBS\_1. , 940, Układy wielosensorowej detekcji zagrożeń - analiza parametrów układów dalmierczych, umożliwiających śledzenie szybko poruszających się obiektów powietrznych, dr Marek ZYGMUNT, 2009, 2012, 2012, MNiSW, Praca Badawcza Statutowa PBS\_2. , 941, Nowe technologie optoelektroniczne dla potrzeb techniki wojskowej, dr hab. Jerzy CIOSEK, 2009, 2012, 2012, MNiSW, Praca Badawcza Statutowa PBS\_3. , 942, Analiza i badanie elementów systemu odtwarzania skali jednostek radiometrycznych w technice laserowej, dr hab. Jan OWSIK, 2009, 2012, 2012, MNiSW, Praca Badawcza Statutowa

PBS\_4., 943, Optoelektroniczne moduły funkcjonalne głowicy samonaprowadzającej oraz ich wpływ na efektywność naprowadzania na cel powietrzny i zdolność bojową rakiety przeciwlotniczej krótkiego zasięgu - analiza procesu sterowania liniowego lotem rakiety przeciwlotniczej bliskiego zasięgu, naprowadzanej na podczerwień, prof. Zbigniew PUZEWICZ, 2009, 2012, 2012, MNiSW, Praca Badawcza Statutowa

PBS\_5., 944, Monitoring obiektów infrastruktury krytycznej z wykorzystaniem wielowidmowych systemów optoelektronicznych, prof. Mieczysław SZUSTAKOWSKI, 2009, 2012, 2012, MNiSW, Praca Badawcza Statutowa

PBS\_6., 945, Pompowane diodami lasery bliskiej i średniej podczerwieni, prof. Jan JABCZYŃSKI, 2009, 2012, 2012, MNiSW, Praca Badawcza Statutowa

PBS\_7., 946, Laserowe technologie modyfikacji warstwy wierzchniej materiałów, dr Andrzej BARTNIK, 2009, 2012, 2012, MNiSW, Praca Badawcza Statutowa PBS\_8., 670, Zastosowanie laserów kaskadowych w spektroskopii strat we wnęce optycznej, prof. Zbigniew BIELECKI, 2009, 2012, 2012, MNiSW, Praca Badawcza

Statutowa

PBS\_9., 671, Analiza i badania obserwacyjnych systemów do wielowidmowej detekcji w podczerwieni - modelowanie systemów obserwacyjnych do wielowidmowej detekcji w podczerwieni, dr Mariusz KASTEK, 2009, 2012, 2012, MNiSW, Praca Badawcza Statutowa PBS\_10., 672, Analiza i przetwarzanie sygnałów w obserwacyjnych kamerach termowizyjnych o dużej rozdzielczości przestrzennej - metody, stanowiska i oprogramowanie do wyznaczania parametrów i rejestracji sygnałów z toru przetwarzania kamery termowizyjnej, dr Tomasz SOSNOWSKI, 2009, 2012, 2012, MNiSW, Praca Badawcza Statutowa

PBS\_11., 673, Metody badawcze i stanowiska do pomiaru wybranych parametrów matryc detektorów podczerwieni i wyznaczania współczynników do ich korekcji - analiza metod wykrywania i zastępowania wadliwych i uszkodzonych detektorów w matrycy podczerwieni, dr Tomasz ORŻANOWSKI, 2009, 2012, 2012, MNiSW, Praca Badawcza Statutowa

Załącznik nr 3.

Wykazy patentów, zgłoszeń patentowych i nagród uzyskanych przez pracowników Instytutu Optoelektroniki w latach 2010-2012

# A. Wykaz patentów uzyskanych przez pracowników Instytutu Optoelektroniki w latach 2010-2012

- 205007; 31/03/2010; Głowica zdalnego rażenia do wybuchowego formowania pocisku jednolitego; T. Hajec, K. Jach, K. Kiczyński, J. Owsik, J. Żuk; Wojskowa Akademia Techniczna; niezastosowany;
- 205636; 31/05/2010; Sposób śledzenia, identyfikacji i niszczenia celów naziemnych różnych typów, urządzenie śledzące, identyfikujące i niszczące cel naziemny wybranego typu oraz układ blokowy połączeń autonomicznego modułu sterującego tym urządzeniem; A. Antonik, B. Górnik, K. Jach, J. Żuk; ; Wojskowa Akademia Techniczna; niezastosowany;
- 205701; 31/05/2010; Sposób śledzenia i niszczenia celów naziemnych, urządzenie śledzące i niszczące cele naziemne i blokowy układ połączeń autonomicznego modułu sterującego tym urządzeniem; A. Antonik, K. Jach, J. Żuk; Wojskowa Akademia Techniczna; niezastosowany;
- 4. 205702; 31/05/2010; Sposób śledzenia celów naziemnych, urządzenie śledzące cele naziemne i układ blokowy autonomicznego modułu sterującego to urządzenie; A. Antonik, K. Jach, J. Żuk; Wojskowa Akademia Techniczna; niezastosowany;
- 205703; 31/05/2010; Sposób śledzenia, identyfikacji i niszczenia celów naziemnych różnych typów, urządzenie śledzące, identyfikujące i niszczące cel naziemny wybranego typu oraz układ blokowy połączeń autonomicznego modułu sterującego tym urządzeniem; A. Antonik, K. Jach, J. Żuk; ; Wojskowa Akademia Techniczna; niezastosowany;
- Nr zgłoszenia: 11/840,890, nr patentu: 7,705,332 B2, data uzyskania: 27.04.2010, Mario C. Marconi, Przemyslaw W. Wachulak, Carmen S. Menoni, Jorge J. Rocca, "Nanometer-scale lithography using extreme ultraviolet/soft x-ray laser interferometry", Colorado State University, 25%
- 209039; 29.07.201; Sposób wykrywania obiektów za pomocą czujników podczerwieni, Kastek M., Powiada E., Piątkowski T., Madura H., Polakowski H., Dąbrowski M., Kucharz J., Wojskowa Akademia Techniczna; .PL 209039 B1, zgłoszony 15.11.2004, udzielony 29.07.2011, J. Kubicki, M. Kwaśny, "Sposób I urządzenie do nanoszenia warstw z materiału sproszkowanego". Patent RP nr P. 381783. (50%); zgłoszono 19.02.2008; przyznano 31.05.2012.
- 8. J. Kubicki, M. Kwaśny, W. Napadłek, T. Burakowski, Urządzenie do utwardzania powierzchni metalowych przy pomocy iskry elektrycznej. Patent RP nr P.382978. (**25%);** zgłoszono 23.07.2007; przyznano 07.08.2012.
- 9. J<u>. Kubicki</u>, Urządzenie do utwardzania powierzchni metalowych. Patent RP nr P. 389165. **(100%)**; zgłoszono 30.09.2009; przyznano 16.10.2012.

# B. Wykaz zgłoszeń patentowych uzyskanych przez pracowników Instytutu Optoelektroniki w latach 2010-2012

- 1. 392540; 29/09/2010; Sposób testowania kamer termowizyjnych; H. Polakowski, T. Piątkowski, T. Piotrowski, M. Węgrzecki, R. Dulski, P. Trzaskawka, J. Bareła.; Wojskowa Akademia Techniczna
- 2. 392680; 18/10/2010; Segmentowy promiennik podczerwieni; H. Polakowski, T. Piątkowski, R. Dulski, P. Trzaskawka; Wojskowa Akademia Techniczna
- 3. P.391411, "Sposób identyfikacji własnych obiektów na polu walki" R. Ostrowski, M. Muzal, M. Jakubaszek, P. Knysak, W. Piotrowski, J. Wojtanowski, M. Zygmunt; Wojskowa Akademia Techniczna
- P.393414 "Sposób obrazowania z wykorzystaniem fotografii laserowej poprzez kadrowanie przestrzenno-czasowe oraz układ urządzeń do stosowania tego sposobu" Krzysztof Ludwikowski, Marek Piszczek, Krzysztof Rutyna
- 394439; 05/04/2011; Sposób i urządzenie do pomiaru koncentracji gazu; Z. Bielecki, T. Stacewicz, J. Wojtas, M. Nowakowski; Wojskowa Akademia Techniczna
- 6. 395707; 20/07/2011; Urządzenie do wielokanałowego pomiaru czasu zaniku promieniowania optycznego o różnych długościach fali we wnęce optycznej; J. Wojtas; Wojskowa Akademia Techniczna
- 7. 395826; 01/08/2011; Sposób korekcji czułości matrycowych detektorów podczerwieni; T. Orżanowski,
  H. Madura, T. Sosnowski, B. Więcek, S. Natkański, L. Pawłowski; Wojskowa Akademia Techniczna
- 396116; 29/08/2011; Sposób obserwowania obrazów na wyświetlaczu urządzenia wizualizującego, zwłaszcza w warunkach nocnych; H. Madura, T. Sosnowski, T. Piątkowski, K. Chmielewski, E. Powiada, S. Natkański, S. Ożóg, J. Kubicki; Wojskowa Akademia Techniczna
- 9. 396800; 28/10/2011; "Urządzenie do zdalnego wykrywania par alkoholu w wydychanym powietrzu osoby fizycznej"; Z. Mierczyk. K. Kopczyński. J. Kubicki. J. Młyńczak; Wojskowa Akademia Techniczna
- 10. J. Kubicki, K. Kopczyński "Urządzenie do emisji skolimowanej wiązki promieniowania absorbowanego przez dwutlenek węgla". Zgłoszenie patentowe nr P.401265. **(50%)**. zgłoszono 17.10.2012.
- 11. J. Kubicki, K. Kopczyński "Urządzenie do emisji skolimowanej wiązki promieniowania absorbowanego przez dwutlenek węgla". Zgłoszenie patentowe nr P.401265. **(50%)**. zgłoszono 17.10.2012.
- 12. J. Kubicki, K. Kopczyński, J. Młyńczak, "Optoelektroniczne urządzenie do informowania niewidomych o przeszkodach". Zgłoszenie patentowe nr P.401792. **(40%)**. zgłoszono 28.11.2012.
- 13. J. Kubicki, K. Kopczyński, J. Młyńczak, "Urządzenie do zdalnego wykrywania par i gazów metodą dial w kabinach i komorach z oknami". Zgłoszenie patentowe nr P.398513. (**40%);** zgłoszono 15.05.2012.
- J. Kubicki, K. Kopczyński, J. Młyńczak, "Urządzenie do zdalnego określania kąta nachylenia szyby bocznej poruszającego się samochodu". Zgłoszenie patentowe nr P.399366. (40%); zgłoszono 30.05.2012.

# C. Wykaz nagród i wyróżnień uzyskanych przez pracowników Instytutu Optoelektroniki w latach 2010-2012

- 1. Złoty medal na IV Międzynarodowej Warszawskiej Wystawie Innowacji IWIS 2010 za Optoelektroniczny sensor zagrożeń biologicznych; medal na targach krajowych
- 2. Srebrny medal na wystawie innowacyjności IWIS 2010 za uniwersalny system pomiarowy do badań kamer termowizyjnych w warunkach polowych; medal na targach krajowych
- 3. Złoty Medal z Wyróżnieniem za "Wielospektralna głowica detekcyjna zagrożeń pożarowych STOPFIRE", IV Międzynarodowa Warszawska Wystawa Innowacji IWIS 2010; medal na targach krajowych
- 4. Złoty Medal za "Laserowy miernik prędkości pojazdów" na IV Międzynarodowa Warszawska Wystawa Innowacji IWIS 2010; medal na targach krajowych
- 5. Złoty medal za "Laserowy miernik prędkości pojazdów" na I Międzynarodowe Targi Optoelektroniki i Fotoniki OPTON 2010, Katowice 2010; medal na targach krajowych
- 6. Złoty medal za "Automatyczny zawór przeciwwybuchowy nowej generacji", IV Międzynarodowa Warszawska Wystawa Innowacji IWIS 2010; medal na targach krajowych
- 7. Srebrny medal za Optoelektroniczny sensor zagrożeń biologicznych; Międzynarodowy Salon Pomysły-Innowacje-Nowe Produkty IENA 2010, Norymberga
- 8. Złoty medal za Optoelektroniczny sensor zagrożeń biologicznych; Międzynarodowe Targi Wynalazczości BRUSSELS INNOVA 2010, Bruksela
- 9. Nagroda za Optoelektroniczny sensor zagrożeń biologicznych, Międzynarodowe Targi Wynalazczości BRUSSELS INNOVA 2010, Bruksela; Ministerstwo Transportu Chin (CREC)
- 10. Srebrny medal na wystawie innowacyjności Eureka 2010 za uniwersalny system pomiarowy do badań kamer termowizyjnych w warunkach polowych; medal na targach zagranicznych
- 11. Srebrny medal na wystawie innowacyjności IENA 2010 za uniwersalny system pomiarowy do badań kamer termowizyjnych w warunkach polowych; medal na targach zagranicznych
- 12. Zespołowa Nagroda Rektorska za: Opracowanie optoelektronicznego sensora ditlenku azotu"; Rektor Wojskowej Akademii Technicznej
- 13. Srebrny medal za " Sposób i urządzenie do modyfikacji powierzchni metalowych wysokonapięciową iskrą elektryczną"; Międzynarodowe Targi Wynalazców
- 14. Złoty medal z Wyróżnieniem za "Fluorescence/depolarization lidar for stand-off detection of biological threats"; The Belgian and International Trade Fair for Technological Innovation EUREKA Bruksela 2011
- 15. Złoty medal "The reflectance profilometer"; The Belgian and International Trade Fair for Technological Innovation EUREKA Bruksela 2011
- 16. Dyplom za Fluorescence/depolarization lidar for stand-off detection of biological threats"; Ministry of Education, Research, Youth and Sport Romania
- 17. Nagroda za "The reflectance profilometer"; The Federation of Cosmonautics of Russia
- 18. Srebrny medal za "Fluorescence/depolarization lidar"; International Trade Fair "Ideas-Inventions-New Products" IENA 2011 Norymberga
- 19. Dyplom za "The profilometer"; International Trade Fair "Ideas-Inventions-New Products" IENA 2011 Norymberga