Politechnika Wrocławska

Wydział Elektroniki

Katedra Telekomunikacji i Teleinformatyki

Czujniki światłowodowe w zastosowaniu do diagnostyki medycznej

(rozprawa doktorska)

mgr inż. Maciej Popenda

Promotor: prof. dr hab. Elżbieta Bereś-Pawlik

Słowa kluczowe:

Czujniki światłowodowe, światłowody mikrostrukturalne, optyka nieliniowa

Wrocław, 24.09.2019

Składam najserdeczniejsze podziękowania mojej promotorce, prof. dr hab. Elżbiecie Bereś-Pawlik, której zawdzięczam możliwość pracy nad tak interesującym tematem badawczym. Dziękuję za każdą cenną uwagę, wsparcie merytoryczne oraz miesiące spędzone ze mną nad edycją i poprawianiem tekstu niniejszej dysertacji – za całą pomoc podczas tej długiej podróży zwanej doktoratem.

Dziękuję Władzom Katedry Telekomunikacji i Teleinformatyki, a w szczególności prof. dr hab. inż. Tadeuszowi Więckowskiemu – za motywowanie mnie do pracy, życzliwość i umożliwienie dalszego rozwoju zawodowego.

Dziękuję dr inż. Hannie Stawskiej – za pomoc w eksperymentach, wsparcie i motywację w chwilach zwątpienia, wszystkie dyskusje naukowe i nie-naukowe, zaangażowanie w tematykę badawczą, ale przede wszystkim – za bycie świetną koleżanką.

Dziękuję wszystkim pozostałym kolegom z zespołu – dr inż. Łukaszowi Sójce, dr inż. Bogusławowi Szczupakowi, mgr inż. Łukaszowi Pajewskiemu oraz mgr inż. Mateuszowi Mądremu – za rozmowy formalne i nieformalne, pomoc w laboratorium, za bycie dobrymi kolegami, z którymi się przyjemnie pracuje i spędza czas.

Osobne i osobiste podziękowania należą się mojej narzeczonej, Karolinie – za sugestie, uwagi, wsparcie w trudnych chwilach, cierpliwość i wiele, wiele więcej. Jesteś dla mnie wzorem pracowitości, oddania i zaangażowania – cieszę się, że mogę czerpać inspirację z twojej postawy.

Dziękuję również mojej Mamie i Siostrze – za całe wsparcie w trakcie tej drogi, którą razem przeszliśmy - jesteście wspaniałe.

Na koniec chciałbym podziękować rodzinie, przyjaciołom, kolegom oraz wszystkim innym bliskim mi osobom – czasem jedno miłe słowo potrafi zdziałać cuda.

Pracę dedykuję mojemu zmarłemu Ojcu - myślę, że byłbyś ze mnie dumny.

Spis treści

1.	W	stęp	.9
2.	Op	otyczne metody nieliniowe i mikroskopia wielofotonowa – podstawy i zastosowanie o	do
ce	elów d	liagnostyki medycznej	14
	2.1.	Fluorescencja wzbudzana na drodze absorpcji dwufotonowej – TPEF	15
	2.2.	Generacja drugiej harmonicznej – SHG	18
	2.3.	Koherentne antystokesowkie rozpraszanie Ramana – CARS	19
	2.4.	Aplikacja NLOM w badaniach biomedycznych	21
	2.5.	Podsumowanie	26
3.	Św	viatłowody mikrostrukturalne o pustym rdzeniu	29
	3.1.	Światłowody mikrostrukturalne – klasyfikacja oraz zastosowania	29
	3.2.	HCPBF – efekt fotonicznej przerwy wzbronionej	35
	3.3. i moo	Propagacja w światłowodach typu HCARF – zjawisko odbicia antyrezonansoweg	30 38
	3.4.	Podsumowanie	41
4.	NI	LOM w układach światłowodowych	14
	4.1.	Czujniki światłowodowe do celów spektroskopii i mikroendoskopii biomedycznej	14
	4.2.	Problemy związane z zastosowaniem NLOM w układach światłowodowych	46
	4.2	2.1. Dyspersja prędkości grupowej - GVD	46
	4.2	2.2. Samomodulacja fazy – SPM	48
	4.3. świat	Rozwiązywanie problemów związanych z implementacją NLOM w układac łowodowych	2h 50
	4.3	3.2. Inne światłowodowe układy do NLOM	53
	4.4.	Wykorzystanie włókien typu HC w NLOM	55
	4.4	4.1. Układy wykorzystujące HCPBF	55
	4.4	4.2. Układy wykorzystujące HCARF	58
	4.5.	Podsumowanie	51

5. HCARF – potencjał transmisyjny w zakresach spektralnych niedostępnych dla innych materiałów							
5.1. Struktura antyrezonansowego włókna typu Kagomé o zredukowanej ilości materiału w bezpośrednim sąsiedztwie rdzenia							
5.2. Transmisja światłowodu o płaszczu Kagomé – wpływ materiału oraz modyfikacji							
struktury w otoczeniu rdzenia na straty oraz pasmo transmisyjne włókna65							
5.3. Właściwości dyspersyjne struktury68							
5.4. Połączenia pomiędzy kapilarami tworzącymi strukturę typu HCARF – przybliżenie za pomocą modelu wielowarstwowego							
5.5. Podsumowanie wyników73							
6. Zastosowanie światłowodów fotonicznych o pustym rdzeniu w układzie czujnika							
fluorescencji wzbudzanej wielofotonowo							
6.1. Światłowody mikrostrukturalne o pustym rdzeniu76							
6.2. Projekt i wykonanie głowicy czujnika fluorescencji wielofotonowej77							
6.3. Układ optyczny do pomiarów fluorescencji wzbudzanej wielofotonowo oraz funkcji							
autokorelacji ultrakrótkich impulsów laserowych							
6.4. Pomiary fluorescencji							
6.5. Wpływ dyspersji na propagację ultrakrótkich impulsów laserowych w mikrostrukturalnych światłowodach fotonicznych o pustym rdzeniu							
6.6. Emisja fluorescencyjna fluoroforów endogennych pobudzanych na drodze zjawiska							
absorpcji dwufotonowej za pomocą światłowodów HCPBF oraz HCARF82							
6.7. Podsumowanie wyników							
7. Czujnik fluorescencji wielofotonowej oparty o pojedynczy światłowód antyrezonansowy o pustym rdzeniu							
7.1. Transmisja światłowodu antyrezonansowego o pustym rdzeniu w widzialnym obszarze widma							
7.2. Mikrosoczewka na końcu światłowodu wielomodowego – koncepcja i wykonanie.88							
7.3. Pomiary fluorescencji wielofotonowej, funkcji autokorelacji impulsów laserowych							
oraz parametrow optycznych KSIVI90							

7.4. Parametry optyczne mikrosoczewki światłowodowej	91					
7.5. Pomiary funkcji autokorelacji ultrakrótkich impulsów laserowych propagującyc						
torze światłowodowym						
7.6. Pomiary widm TPEF	92					
7.7. Okna transmisyjne światłowodu HCARF w widzialnym zakresie spektrum	93					
7.8. Analiza jakości wiązki wyjściowej KSM	94					
7.9. Propagacja ultrakrótkich impulsów laserowych w światłowodowym ukł	adzie					
czujnikowym						
7.10. Widma TPEF fluoresceiny oraz FAD - wyniki	97					
7.11. Podsumowanie wyników	98					
8. Całkowicie światłowodowy czujnik fluorescencji wielofotonowej wykorzyst	ujący					
światłowód fotoniczny o pustym rdzeniu, wielomodowy sprzęgacz światłowodowy	oraz					
mikrosoczewkę światłowodową	99					
8.1. Układ eksperymentalny	100					
8.2. Łączenie światłowodów fotonicznych oraz światłowodów konwencjonalnych z wykorzystaniem elektrodowej spawarki światłowodowej						
8.3. Wytworzenie mikrosoczewki światłowodowej na końcu głowicy czu	ijnika					
światłowodowego	106					
8.4. Transmisja ultrakrótkich sygnałów laserowych w proponowanym ukł	adzie					
8.5 De deumenuenie un militári	107					
o D L ·						
9. Podsumowanie pracy	112					
10. Spis ilustracji	117					
11. Wykaz skrótów	120					
12. Bibliografia	124					
13 Wykaz prac autora	140					

Abstract

The properties of non-linear optical methods are clearly remarkable. Reduced phototoxicity, higher beam penetration depths, allowing for 3D image reconstruction, high excitation selectivity due to the non-linear dependence on excitation beam's intensity - those features have caused multiphoton microscopy to become one of the most popular microscopy modalities across the world of biologists and physicians. However, the interest in in vivo, realtime imaging and diagnostics is also growing, making the miniaturized non-linear endoscopic devices highly desirable. Such device, in perfect case, should combine small size, perfect high optical power handling capabilities and very low dispersion, allowing for the undistorted (both temporally and spectrally) transmission of ultrafast, high power laser pulses, which are required for the efficient excitation of any non-linear optical phenomena. Microstructured, hollow core optical fibers fulfill all the requirements above. However, they are hard to process in terms of splicing, cleaving etc., due to their delicate microstructure. Nevertheless, the potential gain for preparing such device would be enormous – the ability to access, for example, brain, or any other hardly accessible body cavity, in a minimally-invasive fashion, would be of interest not only for the people doing medical diagnostics, but also the surgeons, neuro-surgeons etc. Presented thesis deals with the problem of preparing an hollow-core, microstructured fiberbased optical sensors for non-linear optics. Three different types of sensors are presented - the first one incorporates hollow core fibers simply as a excitation beam delivery fiber, while the two-photon excited fluorescence signal is collected by four large core, plastic optical fibers. All the fibers are held by a single, custom-made polymer housing; whole setup is similar to the geometry of fiber bundle sensors. Another presented type of sensor is a two-photon excited fluorescence excitation – detection setup comprised of a single hollow core, antiresonant fiber. The sensors size was as small as a single fiber. Focusing of the excitation signal was ensured by a fiber-optic microlens. In the last setup presented in this thesis, a hollow-core photonic bandgap fiber is spliced with a graded-index, multimode optical fiber coupler, resulting in an all-fiber optic sensor. The setup was used in a classic two-photon excitation-detection scheme, where the emission signal was ensured by a water solution of fluorescein. Similarly to the previous sensor, a microlensed fiber tip was made at the detection end. Apart from the experimental investigation of different types of sensors, the dissertation also contains numerical results of the Kagomé hollow-core fiber model, optimized for the NIR spectral range, both in terms of attenuation and dispersion. Presented model's optical properties are tested for two materials popular in fiber optic industry – silica glass and acrylic glass.

Streszczenie pracy doktorskiej

Niniejsza rozprawa doktorska dotyczy tematu wykorzystywania światłowodów mikrostrukturalnych o pustym rdzeniu do budowy układów pobudzenia i detekcji optycznych zjawisk nieliniowych w próbkach biologicznych. Włókna te, ze względu na posiadanie rdzenia w postaci pustego otworu powietrznego, mogą przesyłać znacznie większe moce optyczne niż światłowody konwencjonalne. Co więcej, dyspersja tych włókien jest minimalna, dzięki czemu ultrakrótkie (tj. piko- i femtosekundowe) impulsy świetlne nie ulegają poszerzeniu czasowemu, które negatywnie wpływa na wydajność wzbudzania zjawisk nieliniowych. Same metody nieliniowe znalazły szerokie zastosowanie w medycynie i biologii. W celu pobudzenia wykorzystują one długości fali z zakresu bliskiej podczerwieni, które są mniej szkodliwe dla próbek biologicznych w porównaniu do promieniowania UV. Metody nieliniowe zapewniają również znacznie lepszą selektywność pobudzenia jak również i możliwość obrazowania na większych głębokościach tkanek (nawet 1 mm). Połączenie włókien mikrostrukturalnych o pustym rdzeniu z nieliniowymi metodami optycznymi ma więc ogromny potencjał. Daje bowiem możliwość zbudowania miniaturowego, elastycznego układu czujnikowego, który pozwalałby na dostarczenie ultrakrótkiego sygnału pobudzenia nawet do miejsc trudno dostępnych lub wyjątkowo wrażliwych (np. mózg).

W pracy zaprezentowano 3 różne konstrukcje czujników światłowodowych opierających się o włókna mikrostrukturalne o pustym rdzeniu. Pokazano zarówno rozwiązania konwencjonalne (światłowód mikrostrukturalny jako element transmitujący impulsy pobudzające próbkę, sygnał odpowiedzi optycznej próbki był odbierany za pomocą włókien plastikowych), jak i bardziej nowatorskie, opierające się o pojedyncze włókno antyrezonansowe o pustym rdzeniu. Pokazano również układ całkowicie światłowodowy, składający się z połączenia konwencjonalnego sprzegacza wielomodowego oraz włókna typu PBG (ang. Photonic Bandgap). Dwa ostatnie rozwiązania stanowią jedne z pierwszych na świecie prób stworzenia tego typu czujników – z minimalną ilością optyki wspomagającej, ograniczone do rozmiaru pojedynczego włókna. We wszystkich 3 przypadkach, czujniki zostały wykorzystane do nieliniowego, dwufotonowego pobudzenia fluorescencji w wodnych roztworach związków takich, jak FAD, NADH czy fluoresceina. Oprócz powyższych konstrukcji czujnikowych, dysertacja zawiera również wyniki związane z modelowaniem włókien antyrezonansowych. Pokazane zostały struktury typu Kagomé o obniżonych stratach w paśmie (700-850) nm i minimalnej dyspersji (< 5 $\frac{ps}{nm \times km}$), jak również i niewielkiej zależności ich właściwości optycznych od rodzaju materiału budującego strukture.

1. Wstęp

Zaprezentowanie światu w 1970 r. przez Kaprona, Kecka i Maurera szklanego włókna optycznego o stratach na tyle niskich, aby umożliwić daleko-zasięgową telekomunikację, było niewątpliwie jednym z istotniejszych osiągnieć naukowych i inżynierskich ubiegłego wieku [1]. Światłowody zrewolucjonizowały łączność i transmisję danych [2], jak również znalazły szerokie zastosowanie w technologii czujników parametrów środowiskowych, chemicznych czy biologicznych [3-5]. Pomimo tak wspaniałej i błyskawicznej 'kariery' światłowodów, naukowcy nie ustawali w poszukiwaniu alternatywnych mechanizmów i konstrukcji, które pozwoliłyby na propagację światła wewnątrz miniaturowych włókien optycznych. Pojawienie się światłowodów mikrostrukturalnych [6] tchnęło w dziedzinę optyki światłowodowej zupełnie nowe życie, i rozpoczęło swoistą rewolucję fotoniczną u progu nowego stulecia. Światłowody te dały nadzieję na obejście ograniczeń materiałowych szkła, takich jak wysoka absorpcja dla $\lambda > 2 \,\mu$ m, występowanie optycznych efektów nieliniowych związanych z wysoką gęstością mocy w małej objętości rdzenia czy ograniczone możliwości domieszkowania atomami innych pierwiastków.

Jedną z dziedzin, która szczególnie skorzystała na pojawieniu się włókien mikrostrukturalnych, jest optyka nieliniowa. Zjawiska nieliniowe wymagają wysokich gęstości mocy optycznej, przeważnie zapewnianych przez femtosekundowe impulsy laserowe. Przesyłanie takich impulsów za pomocą konwencjonalnych światłowodów jest trudnym zadaniem – dyspersja powoduje rozmycie impulsów w czasie, skutecznie redukując ich moc szczytową. Mocno ogranicza to wydajność wywoływania zjawisk nieliniowych i stwarza konieczność wykorzystywania dodatkowych układów kompensujących dyspersję. Włókna mikrostrukturalne o pustym rdzeniu (HCMOF, ang. Hollow Core Microstructured Optical Fibers) pozwalają obejść to ograniczenie. Ich rdzeń jest wypełniony powietrzem, przez co dyspersja w ich pasmach transmisyjnych jest bardzo niska (często < 5 $\frac{ps}{nm \times km}$) i świetnie sprawdzają się one jako medium transmisyjne impulsów świetlnych o wysokich energiach. Optyczne zjawiska nieliniowe znalazły uznanie również w medycynie czy biologii. Metody mikroskopowe wykorzystujące fluorescencję wzbudzaną wielofotonowo, koherentne antystokesowskie rozpraszanie Ramana czy generowanie drugiej harmonicznej pozwalają na obrazowanie na większych głębokościach tkanek, z lepszą rozdzielczością i mniejszą fototoksycznością w porównaniu do klasycznej mikroskopii świetlnej czy fluorescencyjnej. Minusem nieliniowych metod optycznych stosowanych w medycynie i biologii jest stosowanie ich głównie w warunkach laboratoryjnych. Najczęściej są one łączone ze wspomnianymi powyżej technikami mikroskopowymi, co pozwala uzyskać doskonałe wyniki *in vitro*, ale znacznie utrudnia możliwość badania pacjentów w czasie rzeczywistym. Włókna optyczne o niskiej dyspersji mogłyby znacznie przyczynić się do minimalizacji takich urządzeń i ich powszechniejszego wykorzystania, również w badaniach *in vivo*. Wykorzystanie HCMOF w celu stworzenia światłowodowego układu czujnikowego pozwalającego na stosowanie optycznych metod nieliniowych wydaje się więc być logicznym krokiem w kierunku mniej inwazyjnych, bezpieczniejszych i precyzyjniejszych badań oraz urządzeń diagnostycznych wykorzystywanych w medycynie czy naukach biologicznych.

W pracy podjęto próbę zbadania możliwości wykorzystania mikrostrukturalnych włókien optycznych o pustym rdzeniu jako czujników do diagnostyki medycznej. Światłowody te posiadają unikalne właściwości optyczne (m.in. niskie straty w zakresie promieniowania widzialnego (VIS, ang. Visible) i bliskiej podczerwieni (NIR, ang. Near-infrared), znikomy wpływ efektów dyspersyjnych na propagację ultrakrótkich impulsów laserowych, wielokrotne pasma transmisyjne), które pozwoliły na zrealizowanie całkowicie światłowodowego czujnika fluorescencji wzbudzanej dwufotonowo. Skonstruowane w ramach niniejszej dysertacji czujniki HCMOF posłużyły do detekcji fluorescencji dwóch związków chemicznych dinukleotydu flawinoadeninowego (FAD) oraz dinukleotydu nikotynoaminoadeninowego (NADH). Związki te są fluoroforami endogennymi, występującymi naturalnie w ciele człowieka, pełniącymi ważną rolę w metabolicznych procesach komórkowych i uważanymi za potencjalne markery rozwoju chorób nowotworowych. W pracy zaprezentowano trzy konstrukcje czujnika fluorescencji wzbudzanej dwufotonowo wykorzystujące włókna mikrostrukturalne o pustym rdzeniu. W pierwszym układzie przetestowano dwa różne rodzaje HCMOF - włókno antyrezonansowe (HCARF) oraz włókno wykorzystujące efekt fotonicznej przerwy wzbronionej (HCPBF). Obydwa światłowody posłużyły do transmisji ultrakrótkich impulsów laserowych z zakresu bliskiej podczerwieni, za pomocą których wzbudzono fluorescencję we wspomnianych wcześniej fluoroforach endogennych. Za odbiór sygnału fluorescencji odpowiadały konwencjonalne włókna plastikowe, które zostały dodatkowo zeszlifowane w celu zwiększenia ich apertury numerycznej. Kolejny z czujników wykorzystywał pojedynczy HCARF. Światłowód ten posiadał dwa pasma transmisyjne w zakresie spektrum widzialnego - pierwsze od ok. 500 do 550 nm, a drugie od ok. 680 do 780 nm. Pasma te bardzo dobrze pokrywały się z długościami fali pobudzenia dwufotonowego oraz emisji FAD, co pozwoliło umożliwiło pobudzenie i detekcji sygnału emisji powyższego związku za pomocą pojedynczego HCMOF. Stosując mikrosoczewkę światłowodową udało się skupić sygnał pobudzający i zwiększyć wydajność wywołania zjawiska fluorescencji dwufotonowej, przy jednoczesnym utrzymaniu minimalnych rozmiarów samego czujnika. Ostatni z zaprezentowanych czujników jest konstrukcją, która w pewnym sensie łączy w sobie dwie poprzednie. Stworzony czujnik jest w całkowicie światłowodową, zbudowaną w oparciu o HCPBF oraz wielomodowy sprzęgacz telekomunikacyjny, który posłużył do rozdzielenia sygnałów pobudzenia i fluorescencji. W układzie również zastosowano mikrosoczewkę światłowodową, a dodatkowo opracowano procedurę spawania HCMOF oraz włókna gradientowego, tworzącego sprzegacz. Dzięki temu stworzono prosty układ o minimalnych rozmiarach, służacy do pobudzenia i detekcji fluorescencji wzbudzonej wielofotonowo. W pracy dotyczącej w/w układu poruszono aspekty związane m.in. z dyspersyjnym poszerzeniem sygnału pobudzającego oraz łączeniem włókien fotonicznych z elementami światłowodowymi, takimi jak sprzegacze, wykorzystując procedurę spawania. W niniejszej dysertacji pokazano również, poprzez analizę numeryczną struktury HCARF typu Kagomé, niską zależność właściwości optycznych tych włókien od materiału, z którego są one zbudowane. Dodatkowo zwrócono uwagę na możliwość przybliżenia tego rodzaju struktur za pomocą ich prostszych odpowiedników, takich jak np. model wielowarstwowy. Takie podejście pozwoliło przewidzieć występowanie dodatkowych pasm rezonansowych, ograniczających transmisję projektowanej struktury w zakresie VIS/NIR.

W ramach doktoratu podjęto próbę zrealizowania celu oraz udowodnienia następującej tezy:

Cel pracy:

Konstrukcja całkowicie światłowodowego układu detekcji fluorescencji wielofotonowej opartego o włókna fotoniczne o pustym rdzeniu, o minimalnej inwazyjności mechanicznej i optycznej, do zastosowań w badaniach spektroskopowych i biomedycznych.

Teza:

Wykorzystanie mikrostrukturalnych światłowodów o pustym rdzeniu pozwala na stworzenie mało inwazyjnych czujników optycznych do zastosowań biomedycznych i spektroskopowych. Praca składa się z 9 rozdziałów:

Rozdział 1 oraz 9 stanowią, kolejno, wstęp pracy oraz podsumowanie przedstawionych w niej wyników.

Rozdział 2 traktuje o zagadnieniach związanych z nieliniowymi metodami optycznymi. Przedstawione są ich podstawy fizyczne oraz pokazuje implementację tych metod w układach mikroskopowych, wraz z prezentacją ich zastosowań w badaniach biomedycznych.

Rozdział 3 pokazuje podział włókien mikrostrukturalnych, ze szczególnym uwzględnieniem światłowodów o pustym rdzeniu. Przedstawione są najistotniejsze osiągnięcia w technologii produkcji tego rodzaju włókien oraz ich zastosowania w fotonice i innych naukach. Krótko opisano również dwa mechanizmy propagacji światła w tego rodzaju włóknach – efekt fotonicznej przerwy wzbronionej oraz zjawisko odbicia antyrezonansowego.

Rozdział 4 stanowi przegląd aktualnego stanu wiedzy na temat czujników światłowodowych wykorzystywanych w biologii i medycynie. Pokazane są przede wszystkim konstrukcje, które pokazują możliwość połączenia światłowodów fotonicznych z nieliniowymi metodami optycznymi. Wspomniane są również najistotniejsze problemy związane z konstruowaniem tego typu układów, związane z dostarczeniem impulsów laserowych o wysokiej energii do próbki oraz odebraniem sygnału jej odpowiedzi optycznej.

Rozdział 5 stanowi prezentację modelu włókna typu Kagomé HCARF do celów transmisji ultrakrótkich sygnałów z zakresu 700-800 nm. Przedstawioną strukturę zmodyfikowano poprzez usunięcie części materiału płaszcza z bezpośredniego sąsiedztwa rdzenia włókna. Modelowanie przeprowadzono w oparciu o dwa popularne materiały wykorzystywane do produkcji światłowodów – szkło krzemionkowego (SiO₂) oraz akrylowe (PMMA). Wyniki w/w pracy zostały opublikowane w pracy [7].

Rozdział 6 przedstawia jedną z pierwszych wersji czujnika fluorescencji dwufotonowej, wykorzystującego światłowody mikrostrukturalne do celów transmisji sygnałów femtosekundowych. Detekcja sygnału fluorescencji odbywa się za pomocą otaczających włókno mikrostrukturalne światłowodów plastikowych o dużej aperturze numerycznej. Cały układ został zamknięty w pojedynczej głowicy pobudzająco-detekcyjnej. Wyniki przedstawiono na łamach artykułu opublikowanego w [8].

Rozdział 7 to prezentacja czujnika fluorescencji wzbudzanej dwufotonowo, opartego o pojedynczy światłowód o pustym rdzeniu. W układzie w celu skupienia wiązki zastosowano

mikrosoczewkę światłowodową wykonaną na krótkim odcinku włókna wielomodowego. Przedstawione wyniki opublikowano w [9].

Rozdział 8 pokazuje możliwość łączenia włókien fotonicznych o pustym rdzeniu z wielomodowymi sprzęgaczami światłowodowymi za pomocą komercyjnej spawarki światłowodowej. Tak stworzony, całkowicie światłowodowy układ, zastosowano do celów wzbudzenia dwufotonowego oraz detekcji fluorescencji w wodnym roztworze fluoresceiny. Wyniki badań opublikowano w [10].

Autor w pracy stosuje skróty pochodzące od terminologii anglojęzycznej w przypadku braku zwięzłych polskich odpowiedników lub wysokiej rozpoznawalności wersji anglojęzycznych. W każdym z takich przypadków skrót wraz z jego pełnym, angielskim rozwinięciem znajdują się w nawiasie przy swoim polskim odpowiedniku. Dodatkowo, w pracy stosowane są również przypisy dolne, w których zawarte są istotne wyjaśnienia oraz doprecyzowania poruszanych zagadnień, które jednak mogłyby wpłynąć negatywnie na przejrzystość i czytelność pracy, gdyby znalazły się w głównym tekście.

2. Optyczne metody nieliniowe i mikroskopia wielofotonowa – podstawy i zastosowanie do celów diagnostyki medycznej

Optyczne metody nieliniowe (NLOM, ang. *Non-linear Optical Methods*) wykorzystują zjawiska z zakresu optyki nieliniowej, będące odpowiedzią danego ośrodka na działanie zewnętrznego pola elektromagnetycznego (EM). O nieliniowości można mówić w momencie, kiedy natężenie w/w zjawisk zależy w sposób nieliniowy od natężenia pobudzającej wiązki świetlnej [11]. Uproszczonego, skalarnego¹ opisu odpowiedzi danego materiału na zewnętrzne, zmienne w czasie pole E(t) dokonuje się poprzez rozwinięcie polaryzacji materiału, P(t), w szereg potęgowy [11]:

$$P(t) = \epsilon_0 \left(X^{(1)} E(t) + X^{(2)} E^2(t) + X^{(3)} E^3(t) + \dots + X^{(n)} E^n(t) \right),$$
(2.1)

gdzie ε_0 to przenikalność elektryczna próżni a $X^{(1)}, X^{(2)}, \dots, X^{(n)}$ to podatności materiałowe 1-go, 2-go i kolejnych rzędów. NLOM w badaniach biomedycznych najczęściej wykorzystują zjawiska rzędu drugiego $(X^{(2)})$ – generacja drugiej harmonicznej (SHG, ang. Second Harmonic Generation) oraz trzeciego $(X^{(3)})$ – fluorescencja wzbudzana dwufotonowo (TPEF, ang. Two-Photon Excited Fluorescence) oraz koherentne, antystokesowskie rozpraszanie Ramana (CARS, ang. Coherent Anti-Stokes Raman Scattering). W ostatnich latach można również zaobserwować wzrost zainteresowania badaniami wykorzystującymi inne zjawiska trzeciego rzędu - fluorescencję wzbudzaną trójfotonowo (ThPEF, ang. Three-Photon Excited Fluorescence) [12, 13] oraz generacja trzeciej harmonicznej (THG, ang. Third Harmonic Generation) [14, 15]. Przełomową dla wprowadzenia NLOM do biologii oraz medycyny była praca Denka, Stricklera oraz Webba, którzy jako pierwsi na świecie zaprezentowali możliwość wykorzystania TPEF do celów mikroskopii fluorescencyjnej [16]. Od tamtej pory obserwuje się niesłabnące zainteresowanie badaczy możliwością wykorzystania tych technik w różnego rodzaju badaniach biologicznych. W porównaniu do konwencjonalnych metod optycznych, opartych o absorpcję liniową czy rozpraszanie, NLOM oferują m.in. możliwość rekonstrukcji obrazów 3D badanych próbek (tzw. sekcjonowanie optyczne), znacznie niższą cytotoksyczność, jak również i większą ilość informacji nt składu biologicznego i biochemicznego próbek [17]. W niniejszym rozdziale zostaną przedstawione fizyczne podstawy NLOM wykorzystujących na TPEF, SHG i CARS oraz ich zastosowanie do badań

¹ W ogólnym przypadku, P oraz E są wektorami, a $X^{(1)}, \ldots, X^{(n)}$ to tensory podatności 1-go,...,n-tego rzędu. Wektorowy opis oddziaływania pomiędzy polaryzacją a zewnętrznym polem EM jest konieczny dla celów pełniejszej analizy teoretycznej [6].

biomedycznych. Rozdział jest podsumowany tabelarycznym zestawieniem cech wszystkich opisanych metod.

2.1. Fluorescencja wzbudzana na drodze absorpcji dwufotonowej - TPEF

Schematyczna reprezentacja zjawisk TPEF oraz OPEF (fluorescencja wzbudzana jednofotonowo, ang. *One-Photon Excited Fluorescnce*) w postaci diagramów Jabłońskiego jest pokazana na rysunku 2.1. Ze względu na regułę Kashy, widma emisyjne TPEF oraz OPEF, na które składają się fotony o częstości ω_f , są identyczne [18]. Absorpcja przebiega jednak



Rysunek 2.1 Zjawiska OPEF oraz TPEF przedstawione za pomocą diagramów Jabłońskiego. Częstości fotonów pobudzających to ω_1 oraz ω_2 , ω_f – częstość fotonu emitowanego na drodze zjawiska fluorescencji, RW – relaksacja wibracyjna, będąca bezpromienistym przejściem do podstawowego stanu wibracyjnego oraz PSW – pośredni stan wirtualny. Przeważnie $\omega_1 \approx 2\omega_2$ (tj. energie fotonów pobudzających w TPEF są bardzo zbliżone) z racji na powszechnie stosowane w metodzie źródła laserowe; w ogólnym przypadku nie jest to jednak wymagane [19]. Rysunek wykonany na podstawie [20].

zgoła inaczej – w przypadku OPEF, układ (atom lub cząsteczka) absorbuje pojedynczy foton, którego energia $E_1 = \frac{h\omega_1}{2\pi}$ musi, zgodnie z regułami fizyki kwantowej, odpowiadać E_w – energii pierwszego elektronowego stanu wzbudzonego (ESW) [21]. W przypadku TPEF zachodzi jednoczesna absorpcja dwóch fotonów, co jest procesem wymagającym bardzo wysokiej koncentracji mocy wiązki pobudzającej, zarówno przestrzennej, jak i czasowej [17]. Warunek skupienia przestrzennego można zapewnić używając elementu skupiającego o wysokiej aperturze numerycznej – najczęściej wykorzystuje się obiektywy mikroskopowe. W przypadku skupienia czasowego konieczne jest zastosowanie źródeł światła generujących piko- lub femtosekundowe impulsy świetlne o wysokich mocach szczytowych, sięgających nawet 10^6 W. Wykorzystanie źródeł impulsowych do celów TPEF pozwala na wzmocnienie zjawiska k – krotnie w porównaniu do źródeł pracy ciągłej (CW, ang. *Continous Waveform*), zgodnie ze wzorem [20]:

$$k = \sqrt{\tau f} \tag{2.2}$$

gdzie τ to szerokość połówkowa impulsu pobudzającego a f to częstotliwość repetycji impulsów. Podstawiając kolejno pod τ oraz f 100 fs oraz 80 MHz (wartości typowe dla impulsowych laserów Ti:Sa), otrzymujemy $k \approx 300$, co oznacza, że w celu pobudzenia próbki laserem CW należy dostarczyć ~300 razy więcej mocy w porównaniu do laserów femtosekundowych aby wygenerować TPEF z tą samą wydajnością. W związku z powyższym, lasery femtosekundowe mają ogromną przewagę nad laserami CW - pozwalają dostarczyć odpowiednio duże ilości fotonów (strumień fotonów rzędu $10^{20} - 10^{30} \left(\frac{\text{fotonów}}{\text{cm}^2 \times \text{s}}\right)$) przy jednoczesnym utrzymaniu niskich mocy średnich (obecnie bardzo często $P_{avg} < 10$ mW), a więc bez ryzyka uszkodzenia badanej próbki. Wysokie gęstości mocy optycznej są niezbędne dla TPEF ze względu na drogę, jaką przebywa cząsteczka ze stanu podstawowego do stanu wzbudzonego. Początkowo absorbowany jest pierwszy z fotonów pobudzających, co skutkuje wzbudzeniem do pośredniego stanu wirtualnego (PSW), w którym cząsteczka przebywa przez ok. 10⁻¹⁶ s [20] – przez taki okres czasu możliwa jest absorpcja drugiego fotonu, którego energia jest równa różnicy energii pomiędzy PSW i ESW. Tym samym, jednoczesna absorpcja dwóch fotonów przez układ, tj. absorpcja dwufotonowa (TPA, ang. Two-Photon Absorption) wymaga 'pojawienia się' w ciągu ułamków femtosekund dwóch fotonów o odpowiedniej energii, dokładnie w tym samym miejscu, tj. ich oddziaływania z dokładnie tym samym atomem/cząsteczką [17, 20]. Jeżeli ich energia całkowita odpowiada E_w wówczas może dojść do absorpcji i wzbudzenia cząsteczki. Następstwa wzbudzenia są takie same w przypadku OPEF, jak i TPEF – w ciągu ok. 10⁻¹² s następuje bezpromienista relaksacja wibracyjna (RW) elektronu do podstawowego stanu wibracyjnego ESW. Następnie, z racji na niestabilność ESW, elektron może zrelaksować promieniście, na drodze zjawiska fluorescencji, do elektronowego stanu podstawowego (ESP), i dalej, poprzez kolejne RW, do podstawowego stanu wibracyjnego ESP [21]. Ilość fotonów zaabsorbowanych w wyniku TPA (a więc i prawdopodobieństwo zajścia TPEF), n_{TPA} , jest zależna od kwadratu mocy wiązki pobudzającej, pokazując w ten sposób nieliniowy charakter zjawiska [16]:

$$n_{TPA} = \frac{p_{avg}^2 \delta_{2P}}{\tau_p f_p^2} \left(\frac{NA^2}{2\hbar c\lambda_{ex}}\right)^2,$$
(2.3)

gdzie p_{avg} , f_p oraz τ_p to kolejno: moc średnia wiązki pobudzającej, częstotliwość repetycji impulsów oraz czas ich trwania, δ_{2P} to przekrój czynny na absorpcję dwufotonową badanej próbki, *NA* to apertura numeryczna obiektywu skupiającego wiązkę, *c* to prędkość światła w próżni a λ_{ex} to długość fali wiązki pobudzającej. W konsekwencji, TPEF jest zjawiskiem obserwowanym głównie w punkcie ogniska wiązki pobudzającej, zanikającym jak z^{-2} w miarę oddalania się od centrum ogniska (rys. 2.2). Należy również wspomnieć, że ze względu na różne reguły wyboru dla TPEF oraz OPEF, różne cząsteczki wykazują różne spektra absorpcyjne dla obydwóch metod. Widma absorpcyjne w przypadku OPEF są węższe i przeważnie spełniają prawo lustrzanego odbicia, tj. widmo emisyjne jest lustrzanym odbiciem widma absorpcyjnego danej cząsteczki [22]. Widma absorpcyjne TPEF są dużo szersze w stosunku do OPEF, przez co często obserwuje się nakładanie się na siebie widm różnych związków. Umożliwia to pobudzenie różnych próbek za pomocą tej samej długości fali [18].



Rysunek 2.2 (a) Ilustracja pokazująca różnice pomiędzy fluorescencją wzbudzoną w sposób liniowy (OPEF) oraz nieliniowy (TPEF). Zielone obszary symbolizują emitującą objętość próbki, przerywane linie na środku obydwóch stożków pobudzenia wskazują punkt '0' na osi OZ, której kierunek pokazuje strzałka *z*. Jest to jednocześnie kierunek pomiaru natężenia sygnału fluorescencji I_{fluo} ; zależność $I_{fluo}(z)$ została przedstawiona na (b). Wyraźnie widać, że spadek I_{fluo} w przypadku TPEF następuje o wiele szybciej, podczas gdy OPEF w rejonie talii wiązki pobudzającej utrzymuje się na stałym poziomie, znacznie ograniczając możliwość obrazowania głębokościowego próbek. Zarówno I_{fluo} , jak i *z* są przedstawione w jednostkach względnych. Zaczerpnięto z [20]. (c) Eksperymentalna demonstracja (a). Mały zielony punkt w centrum kuwety pomiarowej oraz jasny pasek znajdujący się pod nim, to, kolejno, TPEF oraz OPEF. Demonstrację przeprowadzono na wodnym roztworze fluoresceiny ($C = 50 \mu$ M), wykorzystano długości fali pobudzenia TPEF oraz OPEF, kolejno, 760 oraz 380 nm. Zaczerpnięto z [23].

2.2. Generacja drugiej harmonicznej - SHG

Generacja nowego fotonu o częstości równej dwukrotności częstości wiązki pobudzającej, znana jako generowanie drugiej harmonicznej, wynika z podatności 2-go rzędu $X^{(2)}$ danego materiału, opisanej we wzorze (2.1). Odpowiednikiem $X^{(2)}$ w skali cząsteczkowej jest hiperpolaryzowalność I-go rzędu – β [24]. Zależność pomiędzy $X^{(2)}$ oraz β przedstawia poniższy wzór [24]:

$$X^{(2)} = N_s \langle \beta \rangle, \tag{2.4}$$

gdzie N_s to gęstość molekuł (tj. ich ilość na jednostkę objętości²). Zapis β w nawiasach trójkątnych oznacza średnią hiperpolaryzowalność w danej objętości materiału, zależną od orientacji momentów dipolowych wszystkich cząsteczek. SHG jest szczególnym przypadkiem zjawiska znanego jako generacja częstotliwości sumacyjnej (SFG, ang. *Sum Frequency Generation*), w wyniku którego energia dwóch fotonów o częstościach ω_1 i ω_2 jest zamieniana na energię jednego fotonu o częstości $\omega_3 = \omega_1 + \omega_2$. Diagram energetyczny SHG (rys. 2.3b) wygląda podobnie, jak w przypadku TPEF, jednak nie mamy tutaj do czynienia ze stanami własnymi cząsteczki, a jedynie stanami wirtualnymi, które niejako 'pośredniczą'



Rysunek 2.3 (a) Geometria zjawiska SHG. Padająca wiązka fotonów o częstości ω oddziałuje z ośrodkiem o $X^{(2)} \neq 0$. Wiązka o częstości ω ulega częściowemu osłabieniu, a wraz z nią propaguje nowa wiązka o częstości 2ω – sygnał SHG, zgodny czasowo, fazowo oraz przestrzennie z sygnałem pobudzającym. (b) Zjawisko SHG przedstawione za pomocą diagramu Jabłońskiego. Przerywane linie symbolizują stany wirtualne, w których cząsteczka przebywa < 1 fs.

w całym procesie. SHG jest procesem parametrycznym, tj. nie następuje wymiana energii pomiędzy wiązką pobudzającą a ośrodkiem [11, 25]. Początkowy stan kwantowy układu odpowiada stanowi końcowemu, a całe zjawisko przebiega natychmiastowo, tj. w ciągu ułamków femtosekund. Dodatkowo, ze względu na warunek dopasowania fazowego, emitowana wiązka SHG wykazuje silną koherencję przestrzenną z wiązką pobudzającą, co

² Rozpatrywana objętość ma wymiary długości fali emitowanej w wyniku SHG [6].

może ułatwiać rejestrowanie jej sygnału³. Natężenie sygnału SHG (*I*_{SHG}) jest zależne od kwadratu energii impulsu promieniowania padającego [24]:

$$I_{SHG} \propto E_P^2 \tau \left(X^{(2)} \right)^2 \tag{2.5}$$

gdzie E_P to energia impulsu promieniowania padającego a τ to czas jego trwania. W przypadku próbek biologicznych wydajność SHG jest raczej niewielka, przez co na wiązkę wyjściową składa się sygnał SHG o częstości 2ω oraz przeważnie dominujący sygnał generujący o częstości ω (rys. 2.3a). Wydajność SHG można jednak zwiększyć, jeżeli długość fali SHG jest w rezonansie z elektronowym pasmem absorpcyjnym danego materiału [26]. Na koniec należy wspomnieć o ograniczeniach generacji drugiej harmonicznej w innych materiałach. Warunkiem koniecznym dla niezerowej $X^{(2)}$ (a więc i dla wystąpienia zjawiska SHG) jest $\langle \beta \rangle \neq 0$, co z kolei jest możliwe jedynie w przypadku materiałów nie wykazujących centrosymetryczności (z punktu widzenia polaryzacji) [26, 27]. Jest to jedna z najważniejszych cech SHG, będąca jednocześnie jednym z powodów, dla których zastosowanie tego zjawiska do celów badań biomedycznych jest ograniczone do diagnostyki niewielkiej liczby białek strukturalnych, przede wszystkich kolagenu i kompleksów aktyna-miozyna w mięśniach szkieletowych [28].

2.3. Koherentne antystokesowkie rozpraszanie Ramana – CARS

CARS jest nieliniową odmianą spektroskopii Ramana, która zajmuje się badaniem stanów wibracyjnych/rotacyjnych danego układu. Metoda bazuje na niesprężystym rozpraszaniu fotonów, w trakcie którego część energii fotonu padającego zostaje zaabsorbowana przez cząsteczkę, co skutkuje pobudzeniem jej na wyższy stan oscylacyjny. Oddziaływanie fotonu o częstości ω z cząsteczką, której częstość rezonansowa drgań wynosi Ω_R , może skutkować rozproszeniem Ramana, w wyniku którego wyemitowany zostanie foton o częstości $\omega + \Omega_R$ (antystokesowski) lub ω - Ω_R (stokesowski). Prawdopodobieństwo emisji antystokesowskiej jest bardzo niskie – w wymaganym dla jej zajścia, wzbudzonym stanie oscylacyjnym, przebywa zaledwie 1% cząsteczek [29]. W związku z tym, wydajność rozproszenia Ramana jest znikoma – średnio, 1 na 10⁵ fotonów ulegnie temu procesowi [29]. CARS, z racji na swój rezonansowy charakter, pozwala na obejście tego ograniczenia, generując sygnały nawet 10⁵ razy silniejsze w porównaniu do spontanicznego rozpraszania Ramana [30]. Schemat zjawiska jest przedstawiony na rysunku 2.4. Podstawą metody są 3 oddziałujące z molekułą wiązki laserowe

³ W ogólnym jednak przypadku, wydajność SHG jest niższa, niż TPEF.

– pompująca (ang. *pump*) o częstości ω_p , stokesowska (ang. *stokes*) o częstości ω_s oraz próbkująca (ang. *probe*) o częstości ω_{pr} ; w praktyce bardzo często $\omega_{pr} = \omega_p$ [31].



Rysunek 2.4 (a) Diagram energetyczny CARS. Jest to schematyczna reprezentacja zjawiska w ujęciu kwantowym; przerywane linie symbolizują stany wirtualne, do których wzbudzane są molekuły przez wiązki pompy (*Pump*), stokesowską (*Stokes*) oraz próbkującą (*Probe*). Proces jest podzielony na 2 etapy – pierwszy to wzbudzenie cząsteczki na wyższy stan wibracyjny (*Vibrational stimulation*) za pomocą fotonów pompy i stokesowskiego. Kolejnym etapem jest nieelastyczne rozpraszanie fotonu pompy na wzbudzonych uprzednio do wyższego stanu wibracyjnego molekułach (*Scattering*). W wyniku rozpraszania różnica energii pomiędzy wzbudzonym i podstawowym stanem wibracjnym jest 'przekazywana' fotonowi pompy, skutkując powstaniem fotonu o wyższej energii (*Anti-Stokes*). (b) Schemat nieelastycznego rozpraszania fotonów próbkujących na koherentnie oscylujących molekułach. Molekuły zostały wzbudzone przez jednoczesne oddziaływanie z wiązkami pompy i stokesowską. Wszystkie cząsteczki są pobudzone jednocześnie przez wiązki pompy i stokesowską, co skutkuje wysoką koherencją ich oscylacji. Ilustracje zaczerpnięte z [32].

W pierwszej fazie zjawisko polega na zwiększeniu obsadzenia wyższych stanów wibracyjnych. Dokonuje się tego za pomocą spójnych czasowo i przestrzennie wiązek ω_p i ω_s [29, 32]. Rozpatrując molekuły jako klasyczne oscylatory harmoniczne, można wymusić ich drgania z częstością równą częstości zewnętrznej siły wymuszającej. W analizowanym przypadku źródłem tej siły są wiązki ω_p i ω_s , a wydajność procesu wymuszenia drgań układu jest najwyższa, gdy $\omega_p - \omega_s = \Omega_R$ [30, 32, 33]. Wzbudzony w ten sposób układ staje się ośrodkiem drgającym z częstością Ω_R . Co ważne, drgania poszczególnych molekuł są spójne fazowo ze względu na jednoczesne pobudzenie przez wiązki ω_p i ω_s . Współczynnik załamania tak drgającego ośrodka jest również zmodulowany z częstością równą Ω_R , podobnie jak wiązka próbkująca o częstości ω_{pr} [30]. Powoduje to pojawienie się wiązki o częstości antystokesowskiej, ω_{as} :

$$\omega_p + \omega_{pr} - \omega_s = 2\omega_p - \omega_s = \omega_{as},\tag{2.6}$$

Podobnie jak w przypadku SHG, CARS jest również procesem parametrycznym – nie następuje wymiana energii pomiędzy próbką a wiązkami laserowymi, a ze względu na warunek

dopasowania fazowego, emisja fotonów ω_{as} jest silnie koherentna [34]. CARS jest zjawiskiem nieliniowym 3-go rzędu, zależnym od podatności nieliniowej $X^{(3)}$, którego sygnał skaluje się wraz z wartością polaryzacji nieliniowej trzeciego rzędu $P^{(3)}$ [30]:

$$I_{CARS} \propto \left| P^{(3)}(\omega_{as}) \right|^2 = 9 \left| X_r^{(3)}(\omega_{as}) \right|^2 I_p^2 I_s,$$
(2.7)

gdzie I_p oraz I_s to natężenia wiązki pompy oraz stokesowskiej, a $X_r^{(3)}$ to rezonansowa część podatności $X^{(3)}$, związana ze wzbudzonym stanem wibracyjnym danej cząsteczki⁴. CARS jest metodą nieinwazyjną, niewymagającą dodatkowego znakowania próbek biologicznych za pomocą barwników. Dodatkowo, jej dużą zaletą jest fakt przesunięcia spektralnego sygnału ω_{as} w kierunku krótszych długości fali, przez co nie ma miejsca nakładanie się sygnałów Ramana oraz fluorescencji. Nieliniowy charakter zjawiska powoduje konieczność wykorzystania źródeł światła generujących impulsy piko- lub femtosekundowe. Ponieważ CARS wymaga nie jednej, a dwóch wiązek, najczęściej stosuje się układy oparte o laser Ti:Sa oraz optyczny oscylator parametryczny (OPO, ang. *Optical Parametric Oscillator*). Na koniec należy jeszcze raz zaznaczyć, że powyższy opis CARS wykorzystuje klasyczny model oscylatora wymuszonego. Model ten nie tłumaczy oddziaływania pomiędzy wiązkami pobudzającymi (tj. zewnętrznymi polami EM) oraz stanami kwantowymi cząsteczki [30, 33], jest on jednak intuicyjny i pozwala zrozumieć ideę oraz rezonansowy charakter samego zjawiska, niezbędne w celu jego efektywnej implementacji.

2.4. Aplikacja NLOM w badaniach biomedycznych

Fizyczna natura NLOM w pewnym sensie predestynuje je do zastosowań w biologii i medycynie. Fakt wykorzystywania źródeł światła z zakresu NIR, wysokie natężenie sygnału odpowiedzi optycznej jedynie w punkcie ogniskowania wiązki pobudzające czy możliwość głębszej penetracji ośrodków silnie rozpraszających dają NLOM dużą przewagę nad zjawiskami liniowymi (absorpcja czy rozproszenie) wykorzystywanymi w standardowych mikroskopach świetlnych i fluorescencyjnych. Co ciekawe, wprowadzenie możliwości wykorzystania NLOM nie wymaga dużych modyfikacji w układzie pomiarowym z powodzeniem stosować można je w standardowych, optycznych systemach mikroskopowych. Dodatkowo, różnice eksperymentalne pomiędzy poszczególnymi zjawiskami, tj. TPEF, SHG czy CARS również są niewielkie. Takie ujednolicenie układu jest

⁴ Wkład do całkowitego sygnału CARS mają dwie składowe $X^{(3)}$: rezonansowa, $X_r^{(3)}$, związana z przejściami wibracyjnymi układu oraz nierezonansowa, $X_{nr}^{(3)}$, związana z oscylacjami chmur elektronowych układu z częstością ω_{AS} . Szczegółowe omówienie tego zagadnienia można znaleźć m.in. w pracach [30,33].

możliwe ze względu na te same długości fal wykorzystywane do pobudzenia badanych próbek $(\lambda_{ex} \in \langle 700, 1300 nm \rangle)$, jak i ten sam zakres spektralny wykrywanych sygnałów $(\lambda_{em} \in \langle 350, 800 nm \rangle)$. Schemat takiego wielofunkcyjnego mikroskopu wielofotonowego pokazano na rysunku 2.5. Femto- lub pikosekundowa wiązka laserowa jest kierowana na obiektyw mikroskopowy, który skupia ją oraz zbiera sygnały nieliniowej odpowiedzi optycznej badanej



Rysunek 2.5 Schemat układu do wielofunkcyjnej mikroskopii wielofotonowej. Moduł OPO jest pompowany przez laser typu Ti:Sa. Ponieważ tego typu układy (Ti:Sa+OPO) pozwalają na pracę w trybie 80/20 (80% mocy wiązki Ti:Sa pompuje OPO, a pozostałe 20% można wykorzystać do innych celów; w praktyce odpowiada to mocy ok. 500-600 mW), dlatego można uzyskać 2 wiązki wymagane przez metodę CARS. Na powyższym schemacie, czerwona linia ciągła symbolizuje wiązkę pompy, podczas gdy linia przerywana to sygnał wyjściowy OPO. Linia opóźniająca (LO) jest najczęściej układem dwóch luster lub reflektora rogowego (ang. *corner cube*) znajdujących się na przesuwnym pozycjonerze (manualnym lub zmotoryzowanym). Zwierciadło dichroiczne znajdujące się pomiędzy obiektywem mikroskopowym (OM) a jednostką skanującą (JS) rozdziela sygnał TPEF, SHG oraz CARS.

próbki. Za pomocą zwierciadeł dichroicznych oraz innych elementów filtrujących, sygnały CARS/TPEF/SHG oraz rozproszone i odbite promieniowanie laserowe są rozdzielane, a następnie kierowane na dedykowane dla danego zjawiska detektory, którymi najczęściej są fotopowielacze (PMT, ang. *Photomultiplier Tube*), fotodiody lawinowe (APD, ang. *Avalanche Photodiodes*), detektory hybrydowe (HPMT, ang. *Hybrid Photomultiplier Tube*) lub detektory wykorzystujące matryce ICCD (ang. *Intensified Charge Coupled Device*). Ponieważ

mikroskopia wielofotonowa (MPM, ang. Multiphoton Microscopy) jest rodzajem mikroskopii skanującej (ze względu na konieczność skupienia wiązki pobudzającej dla poprawy efektywności wywoływania zjawisk nieliniowych), wykorzystuje ona tzw. jednostki skanujące (JS), które pozwalają na przesuwanie skupionej wiązki laserowej względem badanej próbki. Do tego celu przeważnie wykorzystuje się sterowane komputerowo układy zwierciadeł zamontowanych na pozycjonerach galwanometrycznych lub piezoelektrycznych, pozwalających na zmianę położenia wiązki z dokładnością rzędu 0.1 µm. Skanowanie odbywa się w płaszczyźnie XY; dodatkowo, bardzo często również sam obiektyw jest zamontowany na tego typu pozycjonerze, dzięki czemu można wykonywać skan w kierunku Z, skupiając w ten sposób wiązkę na różnych głębokościach i pozwalając na uzyskanie obrazów trójwymiarowych. Pomiar sygnałów odpowiedzi nieliniowej badanej próbki w każdym punkcie, jak również i rekonstrukcja obrazu, są przeprowadzane komputerowo. Jak wspomniano pod koniec sekcji 2.3, wymagane przez metodę CARS zastosowanie dwóch źródeł światła jest najczęściej zapewniane przez zastosowanie modułów OPO, pompowanych za pomocą laserów Ti:Sa. Dodatkowo, ze względu na konieczność koherencji czasowej oraz przestrzennej obydwóch wiązek, konieczne jest zastosowanie linii opóźniającej (LO) w celu kontroli drogi optycznej jednej z wiązek. Modyfikacja ta jednak nie powoduje dużej zmiany geometrii układu, wiąże się jednak z dość istotnym wzrostem jego całościowego kosztu. Pewien problem pojawia się również na poziomie samych źródeł - w przypadku CARS, w celu uzyskania odpowiedniej rozdzielczości spektralnej, preferowane są źródła pikosekundowe; SHG oraz TPEF wymagają przede wszystkim wysokich mocy szczytowych, dlatego w tych metodach lepiej sprawdzają się źródła femtosekundowe. Problem ten można rozwiązać stosując tzw. metodę skupiania spektralnego [35], jak i inne metody polegające na dyspersyjnym poszerzeniu czasowym impulsu w celu zawężenia jego spektrum. Znane są również przykłady CARS z wykorzystaniem pojedynczego źródła światła [36]. Świetną referencją w postaci poradnika mikroskopii CARS jest praca Mytskaniuka [31]; jeszcze szerzej na temat budowy mikroskopów wielofotonowych pisze Young [37], poruszając wszystkie praktyczne aspekty ich konstruowania i użytkowania. Przedstawione na rys. 2.6 zdjęcie pokazujące komórkę naczynia krwionośnego tkanki nerkowej, wykonane za pomocą mikroskopu wielofotonowego, w pełni oddaje zalety połączenia różnych NLOM w ramach jednego układu optycznego. Sztucznie nałożone kolory symbolizują sygnały poszczególnych zjawisk nieliniowych, wywołanych w różnych obszarach badanej próbki. W prezentowanym przypadku, kolor niebieski to sygnał SHG pochodzący od włókien kolagenowych, zielony

to TPEF pochodząca od elastyny znajdującej się w ścianach komórkowych oraz wewnątrzkomórkowego NADH, natomiast czerwony to sygnał CARS pochodzący od wiązań C-H w lipidach zmagazynowanych w komórkach tłuszczowych – adipocytach [38]. Co ważne,



Rysunek 2.6 Zdjęcie komórki naczynia krwionośnego tkanki nerkowej wykonane za pomocą samodzielnie zbudowanego układu do mikroskopii wielofotonowej. Kolor niebieski to sygnał emisji SHG, zielony – TPEF a czerwony – CARS. Zdjęcie zaczerpnięte z [38].

obraz został uzyskany bez zastosowania jakichkolwiek barwników czy markerów chemicznych. Wykorzystano obiektyw o aperturze numerycznej 0.75, podczas gdy czas naświetlania pojedynczego piksela (ang. *pixell dwell time*) wyniósł 4 µs. Z racji na wspomniane wcześniej cechy mikroskopii wielofotonowej, daje ona nadzieję na powstanie alternatywnej względem klasycznej histopatologii metody diagnostyki tkanek. Natychmiastowy charakter odpowiedzi optycznej oraz mnogość potencjalnych 'generatorów' sygnału NLOM mogłyby okazać się szczególnie przydatny w sytuacjach, kiedy konieczna jest szybka decyzja, np. podczas operacji resekcji nowotworów, kiedy chirurg określa marginesy zabiegu. Istotnie, przydatność MPM w różnego rodzaju analizach tkanek nowotworowych została udowodniona w szeregu prac. Przykładowo, w 2010 r. Nadiarnykh i wsp. wykorzystali fakt, że rak jajnika w trakcie rozwoju silnie wpływa na strukturę macierzy zewnątrzkomórkowej (ECM, ang. *Extracellular Matrix*), która jest biologiczną mieszaniną wypełniającą przestrzeń międzykomórkową [39]. Jej cechą charakterystyczną jest wysoka zawartość kolagenu typu I i II, które są jednymi z głównych związków biologicznych generujących sygnał SHG.

W powyższej pracy badacze pokazali, wykorzystując MPM, że obraz SHG tkanki nowotworowej i zdrowej są zupełnie inne (rys. 2.7). Rozwój choroby powoduje istotne zmiany



Rysunek 2.7 Obraz SHG zdrowej (**a**) oraz nowotworowej (**b**) tkanki jajnika. Włókna kolagenowe to jasne prążki, wyraźnie widoczne na w obu przypadkach. Organizacja włókien w przypadku (**b**) jest dużo bardziej regularna i uporządkowana, niż w (**a**). Zaczerpnięte z [39].

w ECM, objawiające się m.in. większym zageszczeniem i uporządkowaniem włókien kolagenowych. Burke, Tang i Brown wykazali podobne zachowanie komórek nowotworu piersi – wykorzystując MPM do badań struktury kolagenu na różnych etapach wzrostu choroby nowotworowej obserwowali oni stopniową reorganizację otaczającej obszar chorobowy ECM [40]. W podobnych badaniach Conklin i wsp. wykazali, że pozytywna wartość wskaźnika TACS-3 (ang. Tumor Assisted Collagen Signature-3) związanego z ułożeniem włókien kolagenowych względem granicy komórek guza rzutuje negatywnie na prawdopodobieństwo wystąpienia przerzutów choroby, a wiec i na ogólną przeżywalność [41]. W pracy z 2015 r. Wu i wsp. zbadali zmiany struktury kolagenu przez rozwijającego się na modelach zwierzęcych czerniaka [15]. Ich obserwacje były tożsame z poprzednimi pracami – w miarę wzrostu guza jego mikrootoczenie ulega wyraźnym zmianom, co manifestuje się w obrazach SHG badanych tkanek. Mikrootoczenie postępującej choroby nowotworowej z wykorzystaniem wielofunkcyjnej MPM było również badane w przypadku nowotworów skóry [42] oraz trzustki [43]. Bardzo ciekawą pracą z tematyki MPM i TME (ang. Tumor Microenvironment) pokazali w ubiegłym roku Turk, Naumenko, Mahoney i Jenne, którzy wykorzystując MPM śledzili ruch i zachowanie leukocytów w pobliżu guza [44]. CARS również była wykorzystywana do celów diagnostyki progresji nowotworów – badacze z USA badali zależność pomiędzy zawartością tłuszczu w komórkach rakowych, a prawdopodobieństwem powstania przerzutów [45]. Pierwotnie potencjał MPM był wykorzystywany poprzez badania autofluorescencji tkanek i materiałów biologicznych, ze szczególnym uwzględnieniem fluorescencji FAD oraz NADH [46-48], które pełnią kluczową rolę w procesach metabolizmu komórkowego i są uważane za swoiste markery postępu choroby nowotworowej [49, 50]. Zainteresowanie tym tematem jest wciąż żywe, a badacze rozszerzają pomiary optycznych potencjałów redox (OPR; tj. pomiarów stosunku intensywności fluorescencji FAD oraz NADH) o przedstawione wyżej funkcjonalności, tj. CARS czy SHG. Przykładowo, w ubiegłym roku grupa z Chin pokazała pracę w której badają zarówno ustrukturyzowanie kolagenu, jak i OPR u kobiet chorujących na nowotwór piersi, będących w trakcie chemioterapii [51]. Również w ubiegłym roku, zespół z Korei Płd., wykorzystując MPM, pokazał, że zwiększona ilość NADH oraz jego utlenionej formy, NAD⁺, powodują przyspieszenie wzrostu komórek raka jelita grubego [52].

Aplikacja MPM w biologii i medycynie nie jest ograniczona do diagnostyki nowotworów. Do tej pory pokazano zastosowanie MPM w diagnostyce układu nerwowego [17, 53], oddechowego [54] czy w diagnostyce amyloidów – wadliwych białek, które odpowiadają m.in. za chorobę Alzheimera [55]. Szczególnie neurobiologia wydaje się być dziedziną, która mogłaby skorzystać z możliwości oferowanych przez NLOM, z racji na unikalną możliwość bezinwazyjnego obrazowania nawet 1 mm w głąb tkanek, pozwalając tym samym na badanie aktywności neuronów [53, 56, 57], i dając nadzieję na lepsze poznanie działania mózgu. Dużo więcej na temat przykładów zastosowania NLOM w biologii i medycynie można przeczytać w aktualnych pracach przeglądowych, m.in. [19, 32, 38, 58].

2.5. Podsumowanie

W niniejszym rozdziale przedstawiono fizyczne podstawy zjawisk TPEF, SHG oraz CARS, które są podstawą nowej odmiany mikroskopii – mikroskopii wielofotonowej (MPM). Przedstawiono sposób na połączenie wszystkich trzech funkcjonalności, tj. TPEF, SHG oraz CARS w ramach jednego, uniwersalnego układu mikroskopowego, bazującego na rozwiązaniach znanych ze standardowych mikroskopów fluorescencyjnych i konfokalnych. Poprzez prezentację wyników badań biomedycznych, prowadzonych z wykorzystaniem MPM, pokazano unikatową na tle innych metod diagnostycznych cechę MPM – możliwość bezinwazyjnego, nie wymagającego użycia markerów lub barwników, obrazowania na dużych (nawet powyżej 1 mm) głębokościach próbek biologicznych. Porównanie najważniejszych cech TPEF, SHG oraz CARS przedstawiono w tabeli 2.1. Zjawiska te dodatkowo porównano również z OPEF, która jest podstawą klasycznych odmian mikroskopii – konfokalnej oraz fluorescencyjnej.

Tabela 2.1 Porównanie nieliniowych (TPEF, SHG, CARS) oraz liniowych (OPEF) zjawisk optycznych wykorzystywanych w mikroskopii.Porównanie nieliniowych (TPEF, SHG, CARS) oraz liniowych (OPEF) zjawisk optycznych wykorzystywanych w mikroskopii.

Zjawisko	TPEF	SHG	CARS	OPEF		
Pobudzenie λ _{ex} [nm]	600-1200	800-1100	700-1000 (pompa); 1000- 1300 (stokes)	300-700		
Emisja λ _{em} [nm]	350-800	$\lambda_{SHG} = \frac{1}{2}\lambda_{ex} \ [26]$	$\lambda_{CARS} = \left(\frac{2}{\lambda_p} - \frac{1}{\lambda_s}\right) [31]$	350-800		
Preferowane źródło	Femtosekundowe lasery Ti:Sa l	ub inne źródła femtosekundowe	Femto- lub pikosekundowe	Diody laserowe,		
światła	emitujące w	λ zakresie λ_{ex}	lasery T1:Sa + OPO	supercontinuum		
Detektor	Dowolny detektor UV-Vis pozwalający na detekcję pojedynczych fotonów (PMT/APD/detektory hybrydowe/ICCD)					
Zalety i wady	+ niska podatność na rozpraszanie i absorpcję λ_{ex} , ograniczona fototoksyczność, duża ilość naturalnych fluoroforów, zjawisko jedynie w punkcie skupienia λ_{ex} , możliwość obrazowania 'w głąb' badanych próbek - niska wydajność zjawiska, wysoki koszt źródła światła	+wysoka specyficzność (detekcja kolagenu i innych struktur o wysokim stopniu uporządkowania), emisja wykazująca silną koherencję czasową i przestrzenną, o dobrze określonej λ_{em} -wysoka specyficzność (ograniczenie metody jedynie do struktur uporządkowanych)	+ bardzo dobra rozdzielczość spektralna związana z charakterem fizycznym zjawiska; możliwość przesunięcia λ_{em} za pomocą zmiany λ_p i λ_s ; możliwość obrazowania na podstawie tzw. <i>molecular</i> <i>fingerprint</i> - konieczność wykorzystania dwóch wiązek świetlnych	 + metoda dobrze poznana i opracowana, niski koszt źródeł światła i detektorów, dobra rozdzielczość przestrzenna, bardzo wysoka wydajność optyczna - ograniczona zdolność obrazowania w głąb, wysoka absorpcja i fototoksyczność, konieczność stosowania różnych źródeł światła 		

3. Światłowody mikrostrukturalne o pustym rdzeniu

W niniejszym rozdziale poruszono tematykę włókien mikrostrukturalnych, ze szczególnym uwzględnieniem włókien o pustym rdzeniu, wykorzystujących efekt fotonicznej przerwy wzbronionej, znanych jako HCPBF (ang. *Hollow Core Photonic Bandgap Fibers*) oraz włókien antyrezonansowych – HCARF (ang. *Hollow Core Anti-Resonant Fibers*), których nazwa pochodzi od zjawiska odbicia antyrezonansowego, uważanego za kluczowe dla ich działania. Omówione zostaną mechanizmy propagacji w tego rodzaju włóknach, ich konstrukcje oraz zastosowania w fotonice, jak również i krótkie zestawienie ich najistotniejszych cech, które znajdzie się w podsumowaniu niniejszego rozdziału. W rozdziale nie są przedstawione szczegółowe wyprowadzenia równań propagacji fal EM w strukturach periodycznych ze względu na szeroką dostępność literatury traktującej na ten temat, m.in. [59, 60].

3.1. Światłowody mikrostrukturalne – klasyfikacja oraz zastosowania

Jeszcze trzy dekady temu potencjalne korzyści płynące z wynalezienia nowych rodzajów światłowodów wydawały się być niewspółmierne do włożonego wysiłku, o czym wspominał w swojej pracy P. St. J. Russell, uważany powszechnie za ojca włókien fotonicznych [61]. Mimo to, prace nie ustawały, co zaowocowało zaprezentowaniem pierwszych światłowodów mikrostrukturalnych (MOF, ang. Microstructured Optical Fibers) o rdzeniu szklanym [6], a następnie powietrznym [62]. Rodzina MOF cechuje się ogromną różnorodnością ze względu na ich podatność na wszelkiego rodzaju modyfikacje, czego przykład można zobaczyć na rys. 3.1, stanowiący przykładowy podział tego typu włókien. Światłowody fotoniczne dzieli się przede wszystkim ze względu na typ rdzenia. Wyróżniamy włókna typu SC (ang. Solid Core), o rdzeniu zbudowanym z materiału płaszcza (przeważnie szkło krzemionkowe (SiO₂), ale też szkła domieszkowane czy materiały polimerowe, np. PMMA (szkło akrylowe)) oraz włókna HC (ang. Hollow Core), o rdzeniu w postaci pustego otworu. Dalszy podział można przeprowadzić w oparciu o charakterystyczny dla danego włókna mechanizm propagacji. W przypadku włókien SC wyróżniamy: zmodyfikowane całkowite wewnętrzne odbicie (MTIR/MSI, ang. Modified Total Internal Reflection/Modified Step Index - są to terminy bliźniacze, można je stosować zamiennie), fotoniczna przerwa wzbroniona (PBG, ang. Photonic Band Gap) oraz tzw. utrudnione sprzeżenie/odbicie antyrezonansowe (IC/ARROW, ang. Inhibited Coupling/Anti-Resonant Reflecting Optical Waveguide). Ostatnim, najbardziej szczegółowym kryterium, odzwierciedlającym unikatowość każdego z MOF, jest rodzaj ich



Rysunek 3.1 Podział włókien mikrostrukturalnych ze względu na mechanizm propagacji, rodzaj rdzenia (pełny lub powietrzny) oraz własności charakterystyczne danej struktury, takie jak ESM itp. Wszystkie użyte skróty są wyjaśnione w prawym dolnym rogu ilustracji; włókna typu HC są szerzej przedstawione w dalszej części pracy. Zaczerpnięte z [63].

mikrostruktury i związanych z nią właściwości optycznych. I tak, możemy wyróżnić włókna nieskończenie jednomodowe (ESM, ang. *Endlessly Single-Mode*), które umożliwiają propagację jednomodową niezależnie od długości fali [64]. Ciekawym rodzajem włókien PCF są włókna o dużej powierzchni modowej (LMA, ang. *Large Mode Area*), które znalazły zastosowanie w laserach dużych mocy [65-67] ze względu na ograniczenie zjawisk nieliniowych, takich jak efekt Kerra i jego konsekwencje, m.in. samomodulacja fazy (SPM, ang. *Selph-Phase Modulation*), które znacząco mogą degradować jakość (czasową, spektralną oraz przestrzenną) propagującego sygnału. Do zastosowań laserowych bardzo dobrze nadają się również włókna fotoniczne o podwójnym płaszczu (DCPCF, ang. *Double Clad Photonic Crystal Fiber*; włókna te występują również w postaci włókien LMA) [68-70] oraz podwójnej stałej sieci (DLCF, ang. *Double Lattice Constant Fiber*), w których płaszcz składa się z dwóch różnych struktur fotonicznych [71]. W 2006 r. Cerquiera S. Jr i wsp. pokazali włókno hybrydowe łączące właściwości światłowodów typu MTIR oraz IC/ARROW [72]. Efekt ten udało się uzyskać dzięki zastąpieniu otworów powietrznych przez pręty o wysokim współczynniku załamania; modyfikacja przebiegała wzdłuż jednej z osi symetrii powyższej struktury. Do tej pory zaprezentowano również włókna o wysokiej dwójłomności (Hi-Bi, ang. *High Birefringence*) [73, 74], wielordzeniowe [75, 76], wykazujące silne właściwości nieliniowe (HNLF, ang. *Highly Nonlinear Fiber*) [77] czy kompensujące dyspersję [78, 79]. Ciekawą odmianą MOF są włókna z różnymi modyfikacjami w obszarze rdzenia, np. w postaci nano-otworów, pozwalających na intensywniejsze oddziaływanie propagującej wiązki z badanym substratem (gazy, ciecze etc.) [80] czy też kontrolowanie modów o polaryzacji cylindrycznej [81]. Oczywiście, podane przykłady to zaledwie ułamek potencjalnych aplikacji SC-MOF. Znacznie więcej informacji na temat zastosowań tego typu światłowodów można znaleźć w pracach przeglądowych [61, 82-86].

W przypadku włókien typu HC wyróżnia się obecnie 2 mechanizmy propagacji – PBG lub IC/ARROW. Badacze bardzo wyraźnie rozgraniczają pomiędzy obydwoma tymi rodzajami włókien (tj. HCPBF oraz HCARF/HCICF), co można zobaczyć na rys. 3.2. Pierwszy HCPBG został zaprezentowany w 1999 r. przez Cregana i wsp. [62]. Struktura tego typu włókien



Rysunek 3.2 Podział włókien mikrostrukturalnych o pustym rdzeniu. Płaszcz włókien typu PBG stanowi mikrostruktura w postaci kryształu fotonicznego, którego właściwości spektralne są określone przez średnicę otworów powietrznych, *d*, oraz stałą siatki, *A*. Wyróżnia się 2 rodzaje włókien IC/ARROW – pierwszy z płaszczem w postaci siatki typu Kagomé, przypominającym struktury znane z włókien PBG. Drugi rodzaj to włókna o płaszczu w postaci pojedynczego rzędu kapilar – SRC (ang. *Single Ring Cladding*). Zapisy 1-, 7-, 19- oraz 37- cell odnoszą się do ilości usuniętych komórek elementarnych danej struktury w celu stworzenia centralnie położonego rdzenia powietrznego. Źródła zdjęć: 19-cell [87], 7-cell [88], 37-cell [89], Nodeless tubular [90], Nested [91], Tubular [92], Parachute [93], Conjoined tube [94], 1-cell hexagonal [95], 7-cell circular [95], Split-cladding [96], 19-cell NC [97].

przypomina tą znaną z SCPCF z tą różnicą, że rdzeń powstaje przez usunięcie (od 1-nej do 37miu) komórek elementarnych płaszcza. Kluczowymi parametrami konstrukcyjnymi włókien HCPBF⁵ są Λ - stała siatki (tj. odległość pomiędzy środkami kolejnych komórek elementarnych struktury) oraz d – średnica otworów mikrostruktury. Problemem w latach '90 było uzyskanie światłowodu fotonicznego z odpowiednio wysokim współczynnikiem wypełnienia (ang. Air-*Filling Fraction*) $f = \frac{d^2\pi}{\Lambda^2 2\sqrt{3}}$, który pozwoliłby na znaczne obniżenie tłumienia danym paśmie spektralnym poprzez zmniejszenie grubości szklanych węzłów (ang. nodes) oraz rozpór (ang. struts) tworzących mikrostrukturę. Technologia wytwarzania HCPBF postępowała jednak bardzo szybko. W 2004 r. Mangan i wsp. [98] pokazali włókno o rekordowo niskich stratach wynoszących 1.7 dB/km dla $\lambda = 1565$ nm i 3 dB paśmie transmisyjnym o szerokości spektralnej 20 nm. Niecały rok później zespół badawczy z Uniwersytetu w Bath oszacował fizyczny limit tłumienia HCPBF na 1.2 dB/km [99]. Zwrócili oni uwagę, że limit ten jest bezpośrednio związany z termodynamiką procesu formowania szkła w wysokich temperaturach, w trakcie którego powstają tzw. fale kapilarowe (FSCW, ang. Frozen-in Solid Capillary Waves), zaburzające gładkość powierzchni szkła otaczającego rdzeń. Te nierówności stają się centrami rozpraszającymi propagującą wiązkę i są główną przyczyną wysokiego (w porównaniu do konwencjonalnych włókien jednomodowych (SM, ang. Single-Mode)) tłumienia HCPBF. W celu ograniczenia skali tego zjawiska, badacze z Uniwersytetu w Southampton zaproponowali HCPBF 19-to [87, 100, 101] oraz 37-mio komórkowe [89]. Struktury te charakteryzowały się rdzeniami o stosunkowo dużych średnicach (kolejno: 26, 36 oraz 37 µm), co skutkowało mniejszym pokryciem pola modowego i powierzchni struktury, a więc ograniczało straty w wyniku rozpraszania na FSCW. Autorom nie udało się jednak przekroczyć wspomnianego wcześniej wyniku 1.7 dB/km. Mimo to, z powodzeniem udowodnili oni potencjał wykorzystania w/w struktur w telekomunikacji, pokazując możliwość transmisji danych z bardzo małymi opóźnieniami [87, 100], w paśmie spektralnym w okolicach 2 µm [101], jak również wykorzystując wielomodową naturę w/w włókien w celu stworzenia systemów MDM (ang. Mode Division Multiplexing) [89]. Jednym z najnowszych osiągnięć technologii HCPBF jest włókno o rdzeniu 7-mio komórkowym (por. rys. 3.2 '7-cell'), którego 3 dB pasmo transmisyjne ma szerokość spektralną 458 nm i pokrywa cały przedział od 1.5 do ok. 2 µm [88]. Włókna HCPBF, oprócz podanych wyżej przykładów, znalazły jeszcze zastosowanie w fotonice gazowej [102], żyroskopach światłowodowych [103] oraz jako włókna o bardzo niskim współczynniku dyspersji, pozwalające na transmisję wiązek o wysokich mocach [104, 105]. Warto tutaj podkreślić, że dalszy postęp technologii produkcji

⁵ Dotyczy to również innych włókien typu MOF o strukturze periodycznej.

tych włókien może pozwolić w przyszłości na uzyskanie struktur, których tłumienie spadnie poniżej wspomnianego limitu 1.2 dB/km [106]. Na dzień dzisiejszy, technologia wytwarzania HCPBF, znana jako 'stack and draw', jest opanowana na poziomie komercyjnym – włókna tego rodzaju oferuje firma NKT[®]Photonics.

Historia włókien typu HCARF rozpoczęła się w 2002 roku, kiedy Benabid i wsp. pokazali również jedną z pierwszych prób wykorzystania włókna typu HC do celów związanych z fotoniką gazową [107]. Wykorzystując fakt wysokiej koncentracji mocy optycznej w bardzo małej objętości rdzenia włókna, udało im się wzbudzić zjawisko wymuszonego rozpraszania Ramana (SRS, ang. Stimulated Raman Scattering) w wypełnionym wodorem światłowodzie typu Kagomé. Zaprezentowane włókno przykuwało uwagę względnie niskimi stratami (1 dB/m) oraz bardzo szerokim, jak na włókna HCPBF, pasmem transmisyjnym – 600-1200 nm. Pierwsze próby wyjaśnienia odmiennych w stosunku do HCPBF właściwości optycznych tej struktury sugerowały, że wynikają one z wykorzystania PBG wyższych rzędów [95]. Szybko jednak wykazano, że struktury tego rodzaju nie posiadają żadnych PBG; charakteryzują się natomiast bardzo niską gęstością dozwolonych stanów fotonicznych (DOPS, ang. Density of Photonic States) [108]. Całkowicie niespodziewaną była obserwacja, że wartości efektywnego współczynnika załamania modów płaszczowych były bardzo zbliżone (różnica ok. 10⁻⁵) do modów rdzeniowych, a mimo to straty HCARF były zaledwie 1-2 rzędy wyższe, niż w przypadku najlepszych włókien HCPBF. Obserwowano swoistą lokalizację modów w obszarze continuum dozwolonych stanów fotonicznych - tzw. efekt quasi-BIC (ang. quasi -Bound States in Continuum) [109]. Kolejne prace potwierdzały istotne różnice pomiędzy HCARF oraz HCPBF, m.in. ograniczoną zależność pomiędzy średnicą struktury fotonicznej (tj. ilością rzędów kapilar tworzących strukturę) a tłumieniem włókna HCARF oraz kluczową rolę geometrii tej części struktury, która znajduje się w bezpośrednim sąsiedztwie rdzenia [110]. Przełomowe dla dalszego rozwoju światłowodów HCARF były publikacje Wanga [111] oraz Pryamikowa [92]. W pierwszej, poprzez wykonanie rdzenia o tzw. ujemnej krzywiźnie (NC, ang. Negative Curvature), obniżono straty włókna do ok. 40 dB/km. W drugiej natomiast udowodniono, że propagacja w HCARF może się odbywać nawet w przypadku struktury składającej się z pojedynczego rzędu kapilar – była to pierwsza demonstracja włókna typu SRC (ang. Single Ring Cladding, por. rys. 3.2, 'Tubular'). Dodatkowo, praca ta pokazała możliwość wykorzystania włókien HCARF zbudowanych z czystego, niedomieszkowanego SiO₂ do przesyłania sygnałów z zakresu $\lambda > 3 \mu m$ z relatywnie niskimi stratami (< 0.1 dB/m). Dla porównania, włókna HCPBF w tym zakresie spektralnym wykazywały straty ponad 1 rząd

większe – > 2 dB/m [112, 113]. Światłowody SRC-HCARF okazały się być bardzo interesującym materiałem - doskonałe właściwości optyczne (mnogie pasma transmisyjne o szerokości nawet kilkuset nanometrów, bardzo niska, nie przekraczająca kilku $\frac{ps}{(nm \times km)}$, wartość parametru dyspersyjnego D w całym paśmie transmisyjnym), połączone z niewielkim stopniem skomplikowania struktury spowodowały powstanie wielu unikatowych konstrukcji. Dość szybko zaobserwowano, że jednym z elementów generujących dodatkowe tłumienie SRC-HCARF są połączenia (węzły) pomiędzy ściankami kapilar otaczających rdzeń. Powodują one powstawanie dodatkowych modów strukturalnych do których silnie sprzegają się mody rdzeniowe, ograniczając w ten sposób potencjał transmisyjny tych światłowodów. Wyeliminowanie tych połączeń poskutkowało powstaniem płaszcza o geometrii 'bezwęzłowej' (ang. Nodeless, por. rys. 3.2 'Nodeless tubular'), dzięki czemu udało się rozszerzyć pasma transmisyjne HCARF od $\lambda < 300$ nm [114-116] do $\lambda \approx 8$ µm [117], tym samym znacznie wykraczając poza zakresy transmisyjne zaprezentowanych do tej pory HCPBF. Duży wkład w rozwój tych włókien ma również grupa J.C. Knighta z Uniwersytetu w Bath. Pokazali oni SRC-HCARF o płaszczu, którego elementy antyrezonansowe przypominają kształtem latawiec/rożek lodowy (ang. Parachute/Ice-cream cone, por. rys. 3.2 'Parachute'). Oprócz analiz teoretycznych tej struktury [118] pokazano jej praktyczną realizację, którą zastosowano m.in. w układzie lasera światłowodowego na zakres MIR (ang. Mid-Infrared) [119] oraz do transmisji sygnałów z tego zakresu spektralnego [120]. SRC-HCARF z 'zagnieżdżonymi' (ang. *Nested*) elementami antyrezonansowymi, przeanalizowane i pokazane po raz pierwszy przez Polettiego [121], są prekursorem najnowszej generacji włókien o płaszczu typu 'Conjoined tube' (por. rys. 3.2), które po raz pierwszy pokazali w ubiegłym roku badacze z Chin [94]. Włókna te wykazują rekordowo niskie straty dla $\lambda = 1512$ nm, wynoszące ~2 dB/km. Autorzy pokazują w tej pracy również zmodyfikowaną strukturę, której przewidywane straty pokonałyby barierę 0.15 dB/km ustanowioną przez konwencjonalne włókna SM, co mogłoby zapoczątkować nową erę w telekomunikacji. Zespoły badawcze zajmujące się tematem włókien SRC-HCARF wciąż prezentują nowe rodzaje struktur, m.in. potencjalnie pozwalające na kontrolę polaryzacji propagującej wiązki [122, 123], o zoptymalizowanym kształcie płaszcza w celu dalszej redukcji strat [124], czy też umożliwiające generację wiązek świetlnych o polaryzacji kołowej [125]. Nowe źródła światła, jak i fotonika gazowa, są dziedzinami w których włókna HCARF (zarówno Kagomé, jak i SRC) odnoszą szczególne sukcesy. Znacznie większe rozmiary rdzenia w porównaniu do HCPBF, zarówno zwiększają efektywną powierzchnię oddziaływania propagującej wiązki z gazem, jak i znacznie ułatwiają sam proces wypełniania włókna [126]. W konsekwencji, HCARF znalazły zastosowanie w spektroskopii metanu [97], dwutlenku wegla [127, 128], tlenków azotu [129] czy wodoru [130]. Źródło typu Supercontinuum, oparte o włókno Kagomé wypełnione wodorem [131] lub neonem [132], pompowane za pomocą wzmacniacza regeneratywnego Ti:Sa, pozwoliło na wygenerowanie promieniowania z zakresu dalekiego UV (< 200 nm). Całkowity zakres spektralny źródeł SC opartych o wypełnione gazem włókna HCARF sięga od wspomnianego dalekiego UV aż do MIR [133]. Temat fotoniki gazowej bazującej na HCARF oraz HCPBF jest dużo szerzej przedstawiony w innych publikacjach [63, 82, 126, 134, 135]. Podejmowane są również próby wytwarzania HCARF z innych materiałów, m.in. ze szkieł chalkogenkowych [136, 137] czy PMMA [138]. HCARF, podobnie jak HCPBF, również były wykorzystywane do celów transmisji ultra-krótkich impulsów laserowych o wysokiej mocy [93, 139, 140]. Włókna te charakteryzują się znacznie bardziej płaskimi charakterystykami $D(\lambda)$, co skutkuje bardzo niską wartością ich pochodnej $\frac{dD}{d\lambda}$, która określa nachylenie krzywej dyspersji (ang. dispersion slope), wynoszącą ~0.01 $\frac{ps}{nm^2 \times km}$ – ponad 2 rzędy mniej, niż w przypadku włókien HCPBF [141]. HCARF wydają się więc być bardziej uniwersalne niż HCPBF, jednak technologia ich produkcji postępuje powoli i wciąż są one materiałem trudno dostępnym poza specjalistycznymi jednostkami naukowymi. Wprowadzeniem tych włókien na rynek komercyjny zajmuje się powstała ok. 3 lata temu francuska firma GLOphotonics [142], założona przez jednego z pionierów dziedziny - Fetaha Benabida. Należy zwrócić uwagę, że włókna te są obecnie wytwarzane i badane również przez polskich badaczy z Zakładu Szkieł w Instytucie Technologii Materiałów Elektronicznych w Warszawie [127, 129].

W ramach powyższego krótkiego przeglądu literatury na temat MOF przedstawiono ich klasyfikację oraz ogromny potencjał aplikacyjny w wielu dziedzinach, m.in. fotonice, spektroskopii czy telekomunikacji. Biorąc pod uwagę wysoką podatność mikrostruktury tych włókien na modyfikacje można przypuszczać, że będą one jeszcze intensywniej wykorzystywane przez naukowców w nowych eksperymentach i zaczną odgrywać coraz istotniejszą rolę w dalekozasięgowej telekomunikacji. W kolejnym rozdziale zostaną poruszone fundamentalne kwestie dotyczące modeli propagacji fal EM w HCPBF oraz HCARF.

3.2. HCPBF – efekt fotonicznej przerwy wzbronionej

Występowanie PBG jest cechą charakterystyczną struktur znanych jako kryształy fotoniczne. Idea tego typu materiałów została po raz pierwszy zaprezentowana przez Johna [143] oraz Yablonovitcha [144], którzy przewidzieli występowanie silnej lokalizacji pola EM

wewnątrz pewnych periodycznych struktur dielektrycznych. Ze względu na tą właśnie periodyczność kryształy fotoniczne można rozpatrywać przez pryzmat zagadnień znanych z fizyki ciała stałego, takich jak stany Blocha czy sieć odwrotna. Propagację fal EM wewnątrz ośrodków dielektrycznych, a więc również i światłowodów, można opisać za pomocą równań Maxwella, które, po serii przekształceń, przybierają postać równania charakterystycznego [60]:

$$\widehat{\Theta}\boldsymbol{H}(\boldsymbol{r}) = \left(\frac{\omega}{c}\right)^2 \boldsymbol{H}(\boldsymbol{r}), \tag{3.1}$$

gdzie $\hat{\Theta} \triangleq \nabla \times \left(\frac{1}{\varepsilon(r)}\nabla \times\right)$ jest liniowym, hermitowskim operatorem oddziałującym na pole magnetyczne o rozkładzie przestrzennym opisanym przez wektor H(r). Równanie to ma postać dobrze znanego zagadnienia własnego, zgodnie z którym H(r) oraz $\left(\frac{\omega}{c}\right)^2$ to, kolejno, wektor własny oraz wartość własna operatora $\hat{\Theta}$. Ze względu na periodyczność struktury kryształów fotonicznych, możemy wykorzystać teorię Blocha-Floqueta i postulować rozwiązanie (3.1) w następującej postaci [145]:

$$H_k(\mathbf{r}) = e^{i\mathbf{k}\mathbf{r}} u_k(\mathbf{r}), \tag{3.2}$$

gdzie $u_k(r)$ jest periodyczną funkcją sieci krystalicznej w postaci $u_k(r) = u_k(r + R)$ dla wszystkich wektorów sieci R, podczas gdy k jest wektorem falowym Blocha, któremu przypisane są dany wektor własny H_k oraz wartość własna $\left(\frac{\omega(k)}{c}\right)^2$. Po wstawieniu (3.2) do (3.1) otrzymujemy:

$$\widehat{\Theta_k} \boldsymbol{u_k}(\boldsymbol{r}) = \left(\frac{\omega(k)}{c}\right)^2 \boldsymbol{u_k}(\boldsymbol{r}), \tag{3.3}$$

gdzie $\widehat{\Theta_k} \triangleq (i\mathbf{k} + \nabla) \times \frac{1}{\varepsilon(r)} (i\mathbf{k} + \nabla) \times \text{jest zmodyfikowanym operatorem z (3.1), zależnym dodatkowo od <math>\mathbf{k}$. Rozważanie równania (3.1) jedynie wewnątrz tzw. zredukowanej strefy Brillouina powoduje, że widmo wartości własnych kryształu fotonicznego jest widmem dyskretnym, tj. dla każdego \mathbf{k} należącego do zredukowanej strefy Brillouina danego kryształu można wyróżnić pary własne ($\mathbf{H}_{k,n}, \omega_{k,n}$), których częstości $\omega_{k,n}$ są od siebie wyraźnie odseparowane; indeks *n* określa kolejne numery pasm struktury [145]. Wszystkie powyższe założenia dotyczą układu, w którym fala EM propaguje w płaszczyźnie struktury (tj. wektor falowy, \mathbf{k} , leży w tej samej płaszczyźnie, co wektor sieci kryształu fotonicznego, \mathbf{K}), dla $\mathbf{k}_z = 0$. W przypadku światłowodu, propagacja w rdzeniu zachodzi dla $\mathbf{k}_z \neq 0$, w kierunku prostopadłym do płaszczyzny kryształu (rys. 3.3a). Wiedząc, że płaszczyzna modu jest równoległa do płaszczyzny kryształu, (tj. rozkład pola EM możemy opisać jedynie za pomocą
współrzędnych X i Y), i wykorzystując twierdzenie Blocha-Floqueta, rozwiązanie (3.1) postuluje się w postaci [145]:

$$H(x, y, t) = H(x, y)e^{-(i\beta z - i\omega t)}$$
(3.4)

gdzie H(x,y) jest rozkładem pola H, zmodulowanym dodatkowo przez periodyczną funkcję sieci kryształu, a $\beta = ||k_z||$ jest stałą propagacji⁶. Wektor falowy k_z (a więc i β) jest zachowany ze względu na ciągłą symetrię translacyjną rdzenia światłowodu, dlatego też nie mogą w tego rodzaju strukturze wystąpić pełne wzbronione pasma trójwymiarowe - jednak takie rozwiązanie nie jest interesujące z punktu widzenia włókien fotonicznych. Dużo istotniejszy jest fakt, że dla $\beta \neq 0$ wzbronione pasma częstotliwości wystąpią nawet dla niewielkiego kontrastu współczynników załamania materiałów tworzących kryształ [146-148]. Te z pasm, które rozciągają się aż poza obszar tzw. light line (tj. obszar wartości $\omega(\mathbf{k})$ dozwolonych dla modów propagujących w powietrzu - por. rys. 3.3b, obszar A), są wykorzystywane do 'uwięzienia' odpowiednich długości fali wewnątrz rdzenia włókna. Rdzeń jest wprowadzonym do struktury defektem, niszczącym lokalnie jej symetrie i posiadającym swoje własne dozwolone mody o innych właściwościach optycznych, niż otaczająca go struktura fotoniczna. Jeżeli częstości tych modów znajdują się w paśmie wzbronionym struktury, wówczas będziemy obserwować ich bardzo silną lokalizację wewnątrz rdzenia – mody takie nie mogą propagować w strukturze, a jednocześnie są dozwolone w powietrzu (a więc i w rdzeniu). Mechanizm sprzężenia modu do rdzenia oparty jest o zjawisko odbicia Bragga od struktury, przez co propagacja fali EM odbywa się z pominięciem zjawiska całkowitego wewnętrznego odbicia. Normalizacja jednostek na wykresach zależności dyspersyjnej $\omega(\beta)$ dla włókien fotonicznych względem stałej sieci Λ wynika z faktu, że równania Maxwella są skalowalne. Dzięki temu, przeskalowanie struktury spowoduje jedynie proporcjonalne przeskalowanie zakresu spektralnego, w którym pracuje włókno, podczas gdy względne położenie jego pasm dozwolonych i wzbronionych, ich szerokość itp. nie ulegną zmianie. Skalowalność równań Maxwella pokazuje, że kluczowymi dla właściwości optycznych HCPBF parametrami są wspomniane w sekcji 3.1 d oraz Λ , co ma z kolei duże znaczenie dla możliwości wytwarzania prototypów tych światłowodów [60, 61, 82, 149]. Należy tutaj przypomnieć, że efekt PBG obserwowano również we włóknach SCPCF [148] (por. rys. 3.1); przeważnie jednak bazują one na zjawisku MTIR [6, 61, 82]. Model PBG w pełni wyjaśnia

⁶ Stałą propagacji β definiujemy jako długość rzutu wektora propagacji na kierunek propagacji w światłowodzie. Opisuje się ją wzorem: $\beta = ||\mathbf{k}||n_{eff}$, gdzie n_{eff} jest efektywnym współczynnikiem załamania propagującego modu a //k// to długość wektora falowego.

wszystkie aspekty propagacji w światłowodach typu HCPBF [150] i jest jedną z przyczyn, dla których był możliwy tak szybki postęp technologiczny w dziedzinie tych włókien.



Rysunek 3.3 (a) Rysunek struktury światłowodowej typu HCPBF. Czerwona strzałka wskazuje kierunek osi OZ, w kierunku której przebiega propagacja fali EM. Osie OX oraz OY są prostopadłe do OZ i siebie nawzajem, i rozpinają płaszczyznę struktury włókna. Duży centralny otwór stanowi defekt wprowadzony do struktury fotonicznej, który umożliwia silną lokalizację modu w nim propagującego poprzez zjawisko odbicia Bragga. (b) Zależność dyspersyjna $\omega(\beta)$ włókna typu HCPBF [61]. Zielona prosta to tzw. *light line*, czyli prosta o równaniu $\beta = \omega/c$. Obszary pasm wzbronionych – *full photonic band gaps* – są przedstawione w postaci wąskich, czarnych pasków, tzw. *finger regions* [61]. Rdzeń włókna, w postaci centralnego defektu, wprowadza swoje własne mody, które mogą występować wewnątrz pasm wzbronionych. Pasma wzbronione nr 2, 3 i 4 (patrząc od dołu wykresu) wykraczają poza *light line* – mody znajdujące się wewnątrz tych pasm i jednocześnie będące w obszarze **A** (tj. mody, dla których $\beta \leq \omega/c$) mogą propagować w powietrzu, a jednocześnie silnie zanikają w strukturze płaszcza – są to mody dozwolone dla rdzenia powietrznego.

3.3. Propagacja w światłowodach typu HCARF – zjawisko odbicia antyrezonansowego i model ARROW

Pierwsze włókno typu antyrezonansowego, oparte o płaszcz mikrostrukturalny w postaci siatki Kagomé, zostało zaprezentowane w 2003 roku [107]. Mimo to, wciąż nie ustalono jednolitego modelu fizycznego, który w pełni opisywałby propagację światła w tego rodzaju światłowodach. Z pośród kilku możliwych modeli teoretycznych opisywanych w pracy Yu i Knighta [151], jednym z najpowszechniej aktualnie akceptowanych jest wspomniany wcześniej model ARROW, którego podstawą jest zjawisko tzw. odbicia antyrezonansowego. Termin ARROW został użyty po raz pierwszy w 1986 r. przez Duguaya w odniesieniu do falowodów planarnych [152]. Szerszą analizę tego typu struktur przeprowadził J.-L. Archambault [153], podczas gdy szczególnie istotną jest praca N. M. Litchnitser [154], w której model ARROW został zastosowany do opisu włókien mikrostrukturalnych. Model ten pozwolił autorom powyższej pracy rozróżniać pomiędzy włóknami typu PBG oraz włóknami, które tego efektu nie wykazują, a mimo to umożliwiają silną lokalizację modów EM i ich propagację

w rdzeniach o współczynnikach załamania niższych, niż otaczający je płaszcz⁷. Analizując propagację modów EM w światłowodach, których przekrój poprzeczny przypomina zwierciadło Bragga zauważyli oni, że dla długości fali takich, że $\lambda \ll \Lambda$, położenie pasm transmisyjnych danej struktury nie zależy od Λ . Co więcej, zredukowanie struktury do pojedynczej warstwy dielektryka również nie spowodowało przesunięcia spektralnego w/w pasm. Wyniki te wskazywały, że propagacja w tego rodzaju włóknach może przebiegać w sposób inny, niż poprzez efekt PBG czy zjawisko MTIR. Ostatecznie uzyskane wyniki opisano korzystając ze zjawiska odbicia Fresnela oraz rozważając każdą z warstw dielektryka o $n_2 > n_1$ jako wnękę rezonansową Fabry-Pérota. Analiza sytuacji fizycznej jest przedstawiona na rysunku 3.4. Odbicie Fresnela jest tym silniejsze, im bliższy 0° jest kąt pomiędzy wiązką propagującą a granicą rdzeń-płaszcz (por. rys. 3.4, θ_z). Wykorzystując równania Fresnela oraz zakładając, że propagujący mod rdzeniowy ma postać modu hybrydowego, HE₁₁, zależność pomiędzy wiązką padającą, *I*, a wiązką załamaną, *T*, można opisać wzorem [150]:

$$\frac{\overline{T}}{I} = \frac{T_s + T_p}{2I} \approx \frac{(4sin\theta_z)^N}{2} \left\{ \left(\frac{1}{\sqrt{n^2 - 1}}\right)^N + \left(\frac{n^2}{\sqrt{n^2 - 1}}\right)^N \right\},\tag{3.5}$$

gdzie T_s oraz T_p to wiązki po załamaniu na granicy powietrze-materiał płaszcza (indeksy *s* i *p* wskazują na dwa różne stany polaryzacji), θ_z jest kątem pomiędzy wiązką padającą, *I*, a powierzchnią materiału struktury o współczynniku załamania *n*, a *N* to ilość interfejsów powietrze-materiał płaszcza. Na podstawie powyższego wzoru widać, że niski stosunek $\frac{\overline{T}}{T}$,



Rysunek 3.4 Schematyczna reprezentacja włókna o naprzemiennie ułożonych warstwach o różnych współczynnikach załamania, dla trzech różnych wartości N [150]. Współczynnik załamania rdzenia (*Core*) wynosi n_1 , współczynnik załamania materiału struktury (*Outside*) wynosi n_2 . W analizowanym przypadku rdzeń jest wypełniony powietrzem i obowiązuje zależność $n_2 > n_1$. N to ilość interfejsów materiał płaszcza-powietrze; d_1 to grubość pierwszej warstwy materiału o $n = n_2$, a t_1 to odległość między kolejnymi warstwami. W prawym dolnym rogu każdej z przedstawionych sytuacji znajdują się przekroje poprzeczne analizowanych struktur. Kreskowane strzałki reprezentują wiązki odbite na granicy ośrodków, wiązki padające są oznaczone jako I, a wiązki po załamaniu, propagujące dalej na zewnątrz struktury, są oznaczone jako T.

⁷ Tj. $n_2 > n_1$, gdzie n_1 i n_2 to, kolejno, współczynnik załamania rdzenia oraz płaszcza włókna.

a więc i silne odbicie, można uzyskać spełniając dwa warunki: 1) zwiększając ilość interfejsów rdzeń-płaszcz, N; oraz 2) zapewniając niski kąt padania wiązki, θ_z . Warunek drugi jest spełniony w przypadku modów niższych rzędów, które z racji swojego charakteru fizycznego wykazują niskie kąty θ_z [154, 155], podczas gdy warunek pierwszy jest zapewniony przez geometrię włókien typu ARROW, która gwarantuje $N \ge 3$ (w przypadku włókien typu SRC-HCARF). Pokazano jednak w innych pracach, że straty falowodu w którym propagacja byłaby oparta jedynie o zjawisko odbicia Fresnela, wynosiłyby nawet kilkaset dB/m, skutecznie uniemożliwiając wykorzystanie ich na odcinkach dłuższych, niż kilka cm [63, 134, 141, 150, 153]. Spowodowane jest to faktem, że równanie (3.5) pomija efekty wnęki rezonansowej w ściankach struktury o $n = n_2$ oraz wielokrotnych odbić pod kątem θ_z , do których dochodzi w światłowodzie. Obydwa te efekty składają się na warunek ARROW, który uwzględnia takie parametry, jak t oraz d – kolejno, odległość pomiędzy sąsiadującymi warstwami oraz grubość ścianki materiału struktury. Schemat zjawiska sprzegania się modów rdzeniowych i strukturalnych pokazano na rysunku 3.5. Jak wspomniano wcześniej, każda z warstw materiału mikrostruktury zachowuje się względem propagującego modu jak wnęka rezonansowa Fabry-Pérota. Taki układ charakteryzuje się wąskimi pasmami częstości rezonansowych ω , które silnie sprzęgają się z modami mikrostruktury (płaszcza) światłowodu. Układ jest wówczas w stanie rezonansu, a dla modów o takich ω każda z warstw dielektryka



Rysunek 3.5 Schematyczna reprezentacja modelu ARROW [82]. W sytuacji (a), kiedy układ jest w antyrezonansie (off-resonance), sprzęganie się modów rdzeniowych do modów wnęki o grubości *t* (a więc i do modów struktury włókna) jest bardzo osłabione ze względu na destruktywną interferencję zachodzącą w samej wnęce, uniemożliwiającą wymianę energii pomiędzy rdzeniem a płaszczem. Skutkuje to silną lokalizacją modu w obszarze rdzenia. W przypadku (b), kiedy układ jest w stanie rezonansowym (on-resonance), sprzężenie pomiędzy modami rdzeniowymi i płaszczowymi jest bardzo silne, co prowadzi do wymiany energii pomiędzy nimi nawet jeżeli spełnione są warunki $\theta_z \ll 1$ oraz $N \ge 3$. Takie mody charakteryzują się bardzo szybkim zanikiem, związanym z intensywnym wypromieniowywaniem energii na zewnątrz struktury włókna.

staje się transparentna, przez co mogą one bez przeszkód wypromieniowywać poza obszar rdzenia (rys. 3.5b). Jeżeli jednak ω danego modu nie leży w przedziale częstości rezonansowych wnęki, wówczas sprzężenie do modów struktury jest bardzo słabe i uzyskuje

się bardzo wysoki współczynnik odbicia – układ jest w stanie antyrezonansowym (rys. 3.5a). W stanie rezonansowym obserwujemy minima, a w antyrezonansowym – maksima transmisyjne włókna o danej strukturze ARROW. Położenie tych ekstremów transmisyjnych można przewidzieć za pomocą poniższych warunków [153, 154]:

$$\lambda_{r,m} = \frac{2n_1 d}{m} \sqrt{n_2^2 - n_1^2},$$
(3.6)

$$\lambda_{ar,l} = \frac{4n_1 d}{(2l+1)} \sqrt{n_2^2 - n_1^2},\tag{3.7}$$

gdzie $\lambda_{r,m}$, $\lambda_{ar,l}$ to, kolejno, rezonansowe i antyrezonansowe długości fali *m*-tego i *l*-tego rzędu $(m = 1, 2, ...; l = 0, 1, 2, ...), n_1$ i n_2 to współczynniki załamania materiału rdzenia i mikrostruktury włókna, a d to grubość ścianek mikrostruktury otaczającej rdzeń. Jak wspomniano wcześniej, model ARROW dobrze sprawdza się w przypadku, gdy $\lambda \ll \Lambda$. W sytuacji odwrotnej, tj. $\Lambda \leq \lambda$, obserwuje się zachowanie typowe dla włókien PBG – pasma transmisyjne ulegają przesunięciu, w zależności od wartości Λ [154]. Innym ograniczeniem tego modelu jest to, że nie tłumaczy on dobrze efektu ujemnej krzywizny rdzenia [156], oraz nie pozwala na pełną analizę zachowania modów płaszczowych [63]. Pozwala on jednak z dobrym przybliżeniem określić zarówno właściwości transmisyjne, jak i dyspersyjne włókien HCARF, przez co ma duże znaczenie dla projektowania tego typu struktur, i w pełni wystarczył do celów prezentowanej pracy. Na koniec warto jeszcze zaznaczyć, że popularnym i równie powszechnie akceptowanym modelem teorii propagacji modów EM we włóknach HCARF jest wspomniany już wcześniej model IC. Jego podstawą są kwantowy efekt BIC (ang. Bound States in Continuum) oraz model silnego wiązania (ang. Tight Binding Model), znany z teorii pasmowej ciał stałych. Pomysłodawcą tego modelu jest F. Benabid; pełen opis można znaleźć w jednej z najnowszych prac przeglądowych na temat HCARF [63]. Dodatkowo, pojawiają się sugestie jakoby modele ARROW oraz IC były komplementarne i stanowiły wspólną teorię tłumaczącą zagadnienia propagacji we włóknach HC-ARF [157].

3.4. Podsumowanie

W niniejszym rozdziale przeprowadzono klasyfikację włókien mikrostrukturalnych ze względu na ich rodzaj rdzenia oraz mechanizm propagacji. Szczególną uwagę poświęcono włóknom o pustym rdzeniu, które zostały podzielone na dwie grupy – HCPBF oraz HCARF. Ich mechanizmy propagacji (PBF oraz ARROW), z racji na całkowicie inny charakter fizyczny, zostały omówione w dwóch oddzielnych podrozdziałach. Zaprezentowano również różne przykłady zastosowania tego typu włókien, pokazując w ten sposób ich ogromny potencjał

aplikacyjny. Ze względu na szczególny nacisk położony na HCARF oraz HCPBF, ich najważniejsze własności zostały przedstawione w tabeli 3.1.

Tabela 3.1 Porównanie włókien fotonicznych typu HCPBF oraz HCARF. Wartość parametru dyspersyjnego D jest podawana na skraju pasma transmisyjnego danego typu włókna. W rubrykach dot. transmisji w różnych pasmach spektralnych podawane są najwyższe wartości tłumienności w danym paśmie.

Typ włókna		HCPBF	HCARF
Mechanizm propagacji		PBF	ARROW/ IC; brak jednolitej teorii
		$440\pm10@ < 2 \text{ dB/m} [158];$	
	VIS	$532\pm20 < 2 \text{ dB/m} [159];$	450-850@ < 300 dB/km [161];
	(400-850)	$820\pm40@ < 250 \text{ dB/km} [160];$	550-850@ < 100 dB/km [116];
	nm	brak doniesień nt włókien	400-750@ < 300 dB/km [114]
		pokrywających resztę pasma	
i ransmisja w różnych pasmach spektralnych (zakres [nm]	NIR (900- 1300) nm	1060±50@ < 100 dB/km [162]; brak doniesień nt włókien pokrywających resztę pasma	900-1300@ < 100 dB/km [116]; 1050-1300@ < 100 dB/km [163]
@	Telekom	1500-1600@ < 7 dB/km [87];	1500-1620@ <10 dB/km [94];
thumienność).	(1500-	1500-1650@ < 15 dB/km [88];	1500-1650@ <7 dB/km [164];
trumennosej.	1650) nm	1500-1650@ < 20 dB/km [100]	1500-1580@ <40 dB/km [165]
	Inne	1900-2100@ < 20 dB/km [101, 166]; 1650-2000@ < 25 dB/km [88]; 3000-3200@ < 20 dB/m [112]; 2900-3150@ < 2 dB/m [113]	200-350@ <250 dB/km [114- 116] 1650-7700@ <50 dB/m [92, 117, 120]
Minimalna tłumienność			
uzyskana oraz		1.7 dB/km @ 1565 nm [98] oraz	2 dB/km @ 1512 nm [94] oraz
przewidywana		< 0.5 dB/km @ 1550 nm [106]	< 0.1 dB/km @ 1550 nm [94]
(tłumienność @ dł. fali)			
Parametr dyspersyjny <i>D</i> oraz pochodna $\frac{dD}{d\lambda}$		$D \ge 100 \frac{\text{ps}}{\text{nm} \times \text{km}} \text{ oraz}$ $\frac{dD}{d\lambda} \in \langle 1, 30 \rangle \frac{\text{ps}}{(\text{nm}^2 \times \text{km})}$ [141]	$D \le 5 \frac{\text{ps}}{\text{nm} \times \text{km}} \text{ oraz}$ $\frac{dD}{d\lambda} < 0.01 \frac{\text{ps}}{(\text{nm}^2 \times \text{km})} [141]$
Dostępność komercyjna		NKT [®] Photonics [167]	GLOphotonics [142]

4. NLOM w układach światłowodowych

Światłowody od wielu lat służą z powodzeniem jako elementy dostarczające wiązkę pobudzającą i odbierające odpowiedź optyczną badanego materiału. Przykładem ich zastosowania w takich układach są komercyjnie dostępne endoskopy, pracujące w oparciu o obrazowody światłowodowe składające się z tysięcy miniaturowych rdzeni jednomodowych, z których każdy pełni rolę pojedynczego piksela. Niestety, implementacja NLOM do układów światłowodowych nie odbywa się tak prosto, jak to miało miejsce w przypadku mikroskopów. Konieczność wykorzystywania impulsów świetlnych o wysokich mocach szczytowych powoduje, że propagująca wiązka zaczyna oddziaływać z samym włóknem, w wyniku czego obserwuje się znaczną deformację czasową i spektralną impulsu, związaną z wywoływanymi we włóknie efektami nieliniowymi. Mimo to, różne zespoły badawcze próbowały wykorzystywać światłowody do celów konstrukcji miniaturowych czujników NLOM, a niniejszy rozdział stanowi przegląd wyników ich prac. Omówione zostaną dwa zjawiska dyspersja prędkości grupowej (GVD, ang. Group Velocity Dispersion) oraz wspomniana samomodulacja fazy, które mają największy wpływ na propagujące wcześniej w światłowodach impulsy piko- i femtosekundowe. Pokazane zostaną sposoby radzenia sobie z negatywnym wpływem w/w efektów na wydajność światłowodowych układów do NLOM. W ostatniej części rozdziału zostaną zaprezentowane przykłady tego typu układów wykorzystujące włókna HC.

4.1. Czujniki światłowodowe do celów spektroskopii i mikroendoskopii biomedycznej

Schemat dwóch światłowodowych układów najczęściej wykorzystywanych do wzbudzania i detekcji sygnałów optycznych w próbkach biologicznych jest pokazany na rysunku 4.1. Z punktu widzenia układu optycznego, sondy światłowodowe przeważnie pracują w geometrii odbiciowej, tj. odpowiedź optyczna badanego materiału jest sygnałem propagującym w stronę przeciwną do sygnału pobudzającego. Koncepcja tego typu układów jest więc bardzo prosta, i można ją sprowadzić do rozwiązania dwóch ogólnych zagadnień:

- a) Dostarczenie sygnału pobudzającego do próbki
- b) Odbiór odpowiedzi optycznej badanej próbki i dostarczenie jej w możliwie pierwotnej formie (tj. z minimalnymi zniekształceniami spektralnymi, czasowymi itp.) do detektora

Blisko 15 lat temu B. Flusberg w swojej pracy przeglądowej [168] na temat obrazowania fluorescencyjnego z wykorzystaniem światłowodów zaprezentował wszystkie znane wówczas geometrie tego typu układów (rys. 4.2). Układy te świetnie sprawdzały się w przypadku metod

bazujących na OPEF – komercyjny dostęp zarówno do optyki, jak i standardowych światłowodów SI pracujących w przedziale UV-VIS jest bardzo szeroki (oferują je m.in. firmy Thorlabs czy Newport), a zarówno spektroskopia, jak i mikroskopia oparta o OPEF są znanymi od długiego czasu technikami badawczymi.



Rysunek 4.1 Układy optyczne wykorzystujące światłowody do celów pobudzenia i detekcji sygnałów optycznych w próbkach biologicznych. W przypadku (a) pobudzenie i detekcja sygnału odbywa się z wykorzystaniem dwóch różnych włókien, w przeciwieństwie do (b), gdzie wykorzystuje się do obu tych celów ten sam światłowód. Ilustracja zaczerpnięta z [169].



Rysunek 4.2 Przykłady realizacji światlowodowych układów detekcji fluorescencji oraz obrazowania fluorescencyjnego. Kolor niebieski (tj. a-e) to czujniki wykorzystujące OPEF, a czerwony (f-i) to czujniki bazujące na TPEF. Rysunek zaczerpnięty z [168].

Czujniki tego rodzaju aplikowano zarówno do badań widm emisyjnych, jak i pomiarów czasów życia fluorescencji [170]. Swoistym owocem wielu lat badań i prac naukowców i lekarzy jest komercyjnie dostępny system endomikroskopii konfokalnej – *Cell-Vizio* [®] [171]. Na układ składają się dwa źródła światła o długościach fali dostosowanych do popularnych markerów fluorescencyjnych (488 nm oraz 635 nm), detektory PMT, system przetwarzania obrazu oraz światłowodowa sonda endoskopowa – składające się z tysięcy jednomodowych rdzeni, obrazujące włókno światłowodowe. Każdy z rdzeni zachowuje się jak pojedynczy piksel; procedura obrazowania odbywa się poprzez selektywne pobudzanie próbki za pomocą kolejnych pikseli, do których wprowadzana jest wiązka pobudzająca. Jednomodowe rdzenie, z racji na ich niewielką aperturę numeryczną, akceptują tylko promieniowanie padające pod kątem ~0°, przypominając tym samym metody znane z mikroskopii konfokalnej. Na chwilę obecną jednak system umożliwia jedynie badania w trybie stacjonarnym, tj. nie ma możliwości obrazowania z wykorzystaniem procesów dynamicznych, takich jak czas życia fluorescencji czy anizotropia fluorescencji.

4.2. Problemy związane z zastosowaniem NLOM w układach światłowodowych

Patrząc na schemat na rys. 4.2 można odnieść wrażenie, że wprowadzenie funkcjonalności NLOM do układów światłowodowych jest równie proste, jak to miało miejsce w przypadku MPM. Niestety, standardowe włókna SM, z racji na niewielkie średnice ich rdzeni, silnie 'reagują' na ultra-krótkie impulsy, powodując ich zniekształcenie czasowe, w wyniku dyspersji prędkości grupowej (GVD) oraz spektralne, w wyniku zjawisk nieliniowych, takich jak samomodulacja fazy (SPM).

4.2.1. Dyspersja prędkości grupowej - GVD

Cechą charakterystyczną femtosekundowych impulsów laserowych jest duża szerokość ich spektrum ($\Delta\lambda$) – przykładowo, w przypadku źródeł, których $\tau \approx 100$ fs, $\Delta\lambda \approx 10$ nm. W efekcie, w światłowodzie przesyłającym wiązkę impulsową będzie propagować paczka falowa o prędkości grupowej v_g [59]:

$$v_g(\omega) = \frac{d\omega}{dk} = \frac{c}{n} - \frac{ck}{n^2} \left(\frac{dn}{dk}\right),$$
(4.1)

gdzie ω – częstość kołowa, k – liczba falowa (tj. $k = \frac{2\pi}{\lambda}$), c – prędkość światła w próżni oraz n– współczynnik załamania ośrodka. W powyższym wzorze $\frac{c}{n}$ jest prędkością fazową tj. prędkością, z jaką fala propaguje w danym ośrodku. Widać więc, że prędkość fazowa jest jednocześnie prędkością grupową, gdy drugi człon (4.1) po lewej stronie jest równy zero. Ponieważ jednak pochodna $\frac{dn}{dk} \neq 0$ w ośrodkach innych, niż powietrze/próżnia, dlatego każda ze składowych spektralnych propagującego impulsu będzie poruszać się z nieco inną prędkością. Skutkuje to postępującym 'rozmyciem' (dyspersją), tj. zwiększeniem szerokości połówkowej profilu czasowego impulsu propagującego w danym ośrodku dyspersyjnym. To, jak dużemu poszerzeniu ulegnie impuls, określone jest przez wartość *GVD* (oznaczana również jako β_2), która jest zdefiniowana jako pochodna odwrotności prędkości grupowej po częstości [155]:

$$GVD = \beta_2 = \frac{\partial}{\partial \omega} \left(\frac{1}{v_g} \right) = \frac{d\beta_1}{d\omega},$$
(4.2)

gdzie β_1 to stała propagacji; *GVD* wyraża się w $\left[\frac{s^2}{m}\right]$. W przypadku określania dyspersyjnego rozmycia propagującego w światłowodach impulsu świetlnego często używa się również wielkości znanej jako parametr dyspersyjny (*D*, ang. *dispersion parameter*), która określa zależność pomiędzy prędkością grupową a długością fali [59]:

$$D = \frac{d\beta_1}{d\lambda} = -\frac{2\pi c}{\lambda^2} \beta_2 = -\left(\frac{\lambda}{c}\right) \frac{d^2 n}{d\lambda^2},\tag{4.3}$$

Jednostką D jest $\left[\frac{ps}{nm\cdot km}\right]$; jest to łatwo skalowalna na jednostkę długości światłowodu wielkość opóźnienia czasowego, jakiego dozna impuls w wyniku propagacji przez daną długość światłowodu. W wyniku wystąpienia GVD impuls dozna poszerzenia czasowego, co objawi się wystąpieniem tzw. świergotu (ang. *chirp*), czyli modulacji profilu spektralnego propagującego impulsu [172]. Ostatecznie, poszerzenie impulsu o początkowym czasie trwania τ_0 , w wyniku propagacji przez odcinek włókna o długości *z*, wyniesie [172]:

$$\tau(z) = \tau_0 \sqrt{\left(1 + \left(\frac{z}{L_D}\right)^2\right)},\tag{4.4}$$

gdzie L_D to wielkość znana jako droga dyspersji, która określa odległość, po której τ_0 wzrośnie o $\sqrt{2}$:

$$L_D = \frac{\tau_0^2}{2.772|\beta_2|},\tag{4.5}$$

Obecność współczynnika 2.772 wynika z faktu, że czas trwania impulsu jest przeważnie określany w punkcie, w którym natężenie impulsu wynosi 1/e wielkości maksymalnej. Warto zwrócić uwagę na fakt, że $L_D \propto \tau_0^2$, tak więc im krótszy impuls, tym szybciej będzie on ulegać poszerzeniu. Wiąże się to z faktem, szerokość widmowa impulsu jest odwrotnie proporcjonalna do jego szerokości czasowej, co powoduje, że rośnie liczba składowych spektralnych, a więc

i wartość β_2 . β_2 jest własnością materiału, z którego wykonany jest rdzeń włókna światłowodowego i stanowi główne źródło liniowego (tj. nie wynikającego z efektów nieliniowych) poszerzenia impulsu we włóknach typu SM. Wyróżniamy dwa przypadki – pierwszy, gdy $\beta_2 > 0$ (D < 0) – to przypadek tzw. dyspersji normalnej, gdzie większe długości fali przemieszczają się szybciej, niż mniejsze; impulsy po przejściu przez ośrodek o takiej dyspersji są impulsami o świergocie dodatnim (ang. *up-chirp*). Drugi to przypadek odwrotny – $\beta_2 < 0$ (D > 0) – mówi się wówczas o dyspersji anomalnej – krótsze długości fali wyprzedzają dłuższe; sygnał po przejściu przez taki ośrodek posiada świergot ujemny (ang. *down-chirp*); cała sytuacja jest przedstawiona dokładniej na rysunku 4.3.



Rysunek 4.3 Zależność $\beta_2(\lambda)$ dla dwóch różnych PCF [25]. Rozpatrując kształt impulsu w przestrzeni widać, że w przypadku $\beta_2 > 0$ składowe o większych λ znajdują się 'z przodu' impulsu, w przeciwieństwie do sytuacji, kiedy $\beta_2 < 0$. $\beta_2 > 0$ jest przypadkiem impulsu o świergocie dodatnim (ang. *up-chirp* lub *positive chirp*), podczas gdy $\beta_2 < 0$ to impuls o świergocie ujemnym (ang. *down-chirp* lub *negative chirp*).

4.2.2. Samomodulacja fazy – SPM

Jeżeli natężenie impulsu świetlnego jest na tyle wysokie, że zaczyna wpływać na właściwości optyczne ośrodka, w którym ten impuls propaguje, to wówczas zaobserwujemy efekt nieliniowej zmiany fazy impulsu, co z kolei będzie miało wpływ na jego spektrum [173]. Efekt SPM jest bezpośrednią konsekwencją zjawiska Kerra, które objawia się zmianą współczynnika załamania danego ośrodka pod wpływem zewnętrznej wiązki optycznej o wysokim natężeniu [174]:

$$n(\omega, I) = n_0(\omega) + n_2 I(t), \tag{4.6}$$

gdzie n_0 to stały, liniowy współczynnik załamania charakterystyczny dla danej częstości (długości fali), a n_2 to współczynnik nieliniowy, zależny od podatności $X^{(3)}$ (a więc i natężenia światła I(t)) [174]:

$$n_2 = \frac{3}{8} \left(n_0(\omega) \right)^{-1} \operatorname{Re}(X^{(3)}), \tag{4.7}$$

gdzie Re oznacza część rzeczywistą $X^{(3)}$. W praktyce dużo częściej operuje się współczynnikiem nielinowości γ , wyrażanym w $[W^{-1}km^{-1}]$. Określa on wielkość wywołanego zjawiska nieliniowego [173, 174]:

$$\gamma = \frac{kn_2}{A_{eff}},\tag{4.8}$$

$$A_{eff} = \frac{\left(\iint_{-\infty}^{+\infty} |E(x,y)|^2 dx dy \right)^2}{\iint_{-\infty}^{+\infty} |E(x,y)|^4 dx dy},$$
(4.9)

gdzie A_{eff} to efektywne pole modu, E(x,y) jest funkcją opisującą rozkład przestrzenny amplitudy modu podstawowego badanej struktury a k to liczba falowa. W przypadku standardowych włókien typu SM, $\gamma = 20 W^{-1} km^{-1} (n_2 \approx 3.4 \cdot 10^{-20} \frac{m^2}{W})$. Wspomniany na początku tej sekcji efekt nieliniowego przesunięcia fazowego, będący konsekwencją zjawiska SPM, wyraża się następującym wzorem [25]:

$$\phi_{NL}(t) = kn_2 I(t)L \tag{4.10}$$

gdzie *L* to długość ośrodka, w którym propaguje dany impuls. ϕ_{NL} można również wyrazić w funkcji odległości *z* [174]:

$$\phi_{NL}(z) = \gamma P_p z, \tag{4.11}$$

gdzie P_p to moc szczytowa⁸ (ang. *Peak Power*) propagującego impulsu. ϕ_{NL} jest wielkością zmienną w czasie, zależną od natężenia wiązki propagującej, co skutkuje poszerzeniem spektralnym impulsu [174]:

$$\delta\omega(z,t) = -\frac{\partial\phi_{NL}}{\partial t} = -n_2 \frac{dI(t)}{dt} kz = -\frac{2\pi}{\lambda} \frac{n_2}{A_{eff}} \frac{dP(t)}{dt} z,$$
(4.12)

gdzie λ to długość fali a P(t) to moc impulsu w funkcji czasu. Z powyższego wzoru widać, że w przypadku, gdy zmiana mocy propagującego impulsu w czasie $\left(\frac{dP(t)}{dt}\right)$ ma znak dodatni – (czyli na zboczach narastających impulsu), wówczas te składowe spektralne zostaną przesunięte ku czerwieni (ich częstość się zmniejszy); w przypadku odwrotnym – ku niebieskiemu (ich częstość się zwiększy).

⁸ Moc szczytową definiuje się jako $P_p = \frac{P_{avg}}{f\tau}$, gdzie P_{avg} – moc średnia, f – częstotliwość repetycji, τ – czas trwania impulsu (FWHM).

4.3. Rozwiązywanie problemów związanych z implementacją NLOM w układach światłowodowych

4.3.1. Układy wykorzystujące objętościowe systemy kompensacji dyspersji

Negatywny wpływ dyspersji na efektywność wywoływania nieliniowych zjawisk optycznych wynika przede wszystkim z obniżenia P_P impulsu poprzez zwiększenie czasu jego trwania, skutecznie zmniejszając w ten sposób sygnał odpowiedzi nieliniowej badanej próbki. Zgodnie z tabelą 1, długości fal pobudzających dla omawianych w ramach niniejszej pracy NLOM znajdują się w przedziale 600-1300 nm, a więc w zakresie normalnej GVD (w przypadku klasycznych włókien krzemionkowych [59]), gdzie większe λ (a więc składowe o niższej częstotliwości) poruszają się szybciej od składowych o niższych λ . Wartość tego rozmycia będzie zależeć bezpośrednio od długości samego włókna, jak i początkowego kształtu impulsu [174]. Efekt ten jednak można zniwelować poprzez wykorzystanie dodatkowego ośrodka/układu optycznego, którego GVD jest przeciwna w stosunku do GVD włókna. W ten sposób kompensuje się dyspersję układu – efekty dyspersyjne wprowadzone przez ośrodek A, bedący ośrodkiem o dyspersji normalnej, zostają osłabione (lub całkowicie usuniete) przez ośrodek B o dyspersji o przeciwnym znaku (w tym przypadku anomalnej). Fizycznie obserwuje się zrównanie w czasie składowych o poszczególnych λ ; przy odpowiedniej długości ośrodka kompensującego możliwa jest swoista rekonstrukcja profilu czasowego impulsu wejściowego. W praktyce przeważnie dokonuje się tego wykorzystując tzw. układy kompensujące, zbudowane z siatek dyfrakcyjnych [175], pryzmatów [176] lub ich połączenia (tzw. GRISM lines) [177, 178]. Za pomocą tych układów zmienia się drogi optyczne poszczególnych składowych spektralnych impulsu pobudzającego w ten sposób, aby jego świergot był przeciwny do wprowadzanej przez włókno dyspersji, dzięki czemu GVD włókna docelowego powoduje kompresję poszerzonego wcześniej impulsu. Rozwiązania tego rodzaju (por. rys. 4.4) znalazły szerokie zastosowanie w układach do celów transmisji femtosekundowych impulsów świetlnych wykorzystujących włókna o pełnych rdzeniach - SM [177, 179], MM [180], fotoniczne [181, 182] czy w układach bazujących na standardowych głowicach endoskopowych [183]. W tym punkcie warto przyjrzeć się rozwiązaniom bazującym na światłowodach typu DC, zarówno klasycznych, jak i fotonicznych. Potencjał tego typu włókien został pokazany po raz pierwszy przez zespół P. J. Russela [184], który wykonał eksperyment polegający na jednoczesnym wzbudzeniu oraz detekcji TPEF za pomocą pojedynczego włókna DC. W porównaniu do SMF, wydajność zbierania TPEF roztworu fluoresceiny za pomocą DCPCF była ponad 40 razy większa. Układ jednak nie był wyposażony w element ogniskujący na końcu DCPCF, co negatywnie wpływało na wydajność pobudzenia TPEF. W 2006 r. grupa X. Li pokazała pionierski układ miniaturowego skaningowego endoskopu dwufotonowego wykorzystującego standardowe włókno typu DC [185] (rys. 4.5). Wykorzystując miniaturowy skaner piezoelektryczny oraz soczewkę GRIN (ang. *Graded Index*) zbudowali oni dwufotonowy endoskop o średnicy 2.4 mm⁹ oraz zdolności rozdzielczej 2.2 μm. Źródłem światła był standardowy laser Ti:Sa; układ dwóch siatek dyfrakcyjnych posłużył do celów pre-kompensacji dyspersji



Rysunek 4.4 Schemat układu typu GRISM służącego do pre-kompensacji dyspersji prędkości grupowej wprowadzonej przez włókno SM [179]. Znajdujący się pomiędzy układem GRISM a źródłem fs (Mai Tai laser) 0.5m odcinek światłowodu SM służy do poszerzenia spektralnego oraz czasowego impulsu lasera fs, dzięki czemu możliwa jest dodatkowa kompresja czasowa impulsu pobudzającego próbkę (tj. za odcinkiem włókna SM o długości 2m). W przypadku, kiedy nie jest potrzebna kompresja impulsu poniżej czasu trwania impulsu lasera, zastosowanie dodatkowego kawałka włókna jest zbędne.

normalnej włókna DC. Moc pobudzająca wynosiła ~10 mW; za pomocą tego układu zobrazowano komórki nowotworu piersi (HeLa) oznakowane odpowiednimi przeciwciałami. Powyższe rozwiązanie w przeciągu ostatnich lat było wielokrotnie stosowane i udoskonalane przez wiele innych grup badawczych, m.in. pod kątem odpowiedniego doboru optyki ogniskującej [186], redukcji aberracji za pomocą krótkiego odcinka MMF [187] czy w celu wzbudzenia fluorescencji trójfotonowej za pomocą impulsów z zakresu dalszej NIR ($\lambda = 1700$ nm) [188]. Jednym z początkowych problemów tego rozwiązania były relatywnie niskie prędkości obrazowania (IS, ang. *Imaging Speed*) wynoszące ok. 2-3 klatek na sekundę [189], co mocno ograniczało potencjał obrazowania w czasie rzeczywistym. Problem ten udało się znacząco zniwelować w 2015 roku badaczom z Francji [190]. Wykorzystując układ kompensacji dyspersji, bazujący na włóknie typu NLPCF oraz układzie GRISM, uzyskali oni

⁹ Do tej pory stanowi to najlepszy wynik na świecie.

ponad 3-krotna poprawe IS – 8 klatek na sekunde. W rezultacie otrzymano obrazy TPEF oraz SHG komórek nerkowych myszy w trybie in-vivo, bez użycia dodatkowych znaczników fluorescencyjnych. Szczegóły techniczne dot. zastosowania komercyjnych rodzajów włókien DC w układach endoskopowych można znaleźć w pracy C. Lefort i wsp. [191]. W podsumowaniu tej sekcji należy napisać, że układy kompensujące dyspersję oparte o pryzmaty lub siatki dyfrakcyjne są bardzo często kluczowymi elementami w światłowodowych układach wykorzystujących NLOM. Ich dużą zaletą jest możliwość płynnej regulacji wielkości wprowadzonej dyspersji (od normalnej do anomalnej) poprzez zmiane położenia siatek lub pryzmatów, co pozwala na stosowanie różnych rodzajów włókien



Rysunek 4.5 Schemat (a) oraz zdjęcie (b) miniaturowego endoskopu dwufotonowego opartego o światłowód DC (DCF), mini-soczewkę GRIN oraz cylindryczny skaner piezo-elektryczny (PZT) [189].

jako elementów pobudzająco-detekcyjnych. Dodatkowo, układy GRISM pozwalają na kompensację zarówno GVD, jak i TOD (ang. *Third Order Dispersion*), co jest szczególnie istotne dla impulsów o $\tau_0 \leq 30$ fs. Ważnym aspektem jest również komercyjna dostępność tego typu urządzeń – oferują je m.in. Thorlabs [192] czy APE [193]. Minusem tego typu rozwiązań jest ich duża wrażliwość na wszelkie zaburzenia adjustacji (drgania itp.), spowodowana podwójnym przejściem wiązki przez ich elementy optyczne (tzw. geometria typu *double-pass*) [189], oraz wzrost zarówno kosztów, jak i rozmiarów układu optycznego do NLOM. Warto też zwrócić uwagę, że w przypadku włókien o małych średnicach pola modowego ($d_{MF} \leq 6 \mu m$), prekompensacja impulsów pozwala na zniwelowanie GVD włókna jedynie dla niskich mocy średnich ($P_{avg} \leq 10$ mW) [194]. Dla wyższych mocy efekt SPM jest coraz silniejszy, co skutkuje pojawianiem się nowych składowych spektralnych propagującego impulsu. W rezultacie SPM oraz GVD niejako wzmacniają się, i obserwowane poszerzenie czasowe impulsu jest jeszcze większe, niż miałoby to miejsce w przypadku występowania jedynie GVD. Efekt ten jest charakterystyczny dla włókien/ośrodków o dyspersji normalnej (D < 0) oraz impulsów, które są fourierowsko ograniczone¹⁰ lub posiadają świergot dodatni [173].

4.3.2. Inne światłowodowe układy do NLOM

W pierwszej dekadzie XXI w. powszechną praktyką było również ignorowanie efektów dyspersyjnych występujących w światłowodach. Poszerzenie τ_0 było znaczące i wynosiło nawet do kilkunastu ps na krótkich (< 2 m) odcinkach włókna SM [195, 196], jednak były to wartości wystarczające, aby konstruować układy światłowodowe do MPM wykorzystujące sprzegacze zamiast zwierciadeł dichroicznych i innych elementów rozdzielających wiązkę pobudzającą oraz sygnał TPEF [196, 197] czy SHG [198]. W bardzo podobnej geometrii światłowodowej został skonstruowany pierwszy na świecie układ do NLOM z mikro-głowicą optyczną, opartą o soczewkę gradientową oraz miniaturowy pryzmat [199]. Minusem powyższych rozwiązań była relatywnie słaba jakość uzyskanych obrazów [199] lub konieczność korzystania z obiektywów mikroskopowych w celu wzbudzenia TPEF [196]. W jednej z pierwszych prób wykorzystania włókien typu DCPCF do celów NLOM [200] również pominięto problem kompensacji dyspersji. Jednomodowy rdzeń wykorzystanego włókna posłużył do transmisji femtosekundowej wiązki pobudzającej ($\lambda_{ex} = 800$ nm, Pave = 5 mW), pozwalając na wzbudzenie TPEF oraz SHG w komórkach nabłonkowych próbki zwierzęcej. Grupa jednej z wiodących badaczek zajmujących się spektroskopią czasów życia fluorescencji, prof. L. Marcu, pokazała w 2012 roku układ bazujący na światłowodzie DCPCF (bez kompensacji dyspersji) oraz soczewce GRIN, który pozwolił na zarejestrowanie i rozróżnienie czasów życia TPEF chrząstek, ścięgien oraz tkanki mięśniowej [201]; szerokość impulsu w punkcie pobudzenia wynosiła ok. 1.8 ps. Układ ten nie wykorzystywał zewnętrznego ani wewnętrznego systemu skanującego przez co nadawał się jedynie do badań punktowych. Zniwelowanie problemu dyspersji impulsów można również uzyskać wykorzystując do celów pobudzenia długości fali z zakresu 1300-1600 nm, gdzie większość włókien szklanych wykazuje dyspersję anomalną. Wówczas samo włókno zachowuje się jak ośrodek kompensujący, znacznie zmniejszając stopień skomplikowania układu. Rozwiązanie tego typu zostało wykorzystane w przedstawionej wcześniej geometrii mini-endoskopu piezoelektrycznego (por. rys. 4.5). Impulsy z lasera EDFA ($\lambda = 1550 \text{ nm}, \tau_0 = 243 \text{ fs}, P_{avg} = 155 \text{ mW}$)

¹⁰ Fourierowsko ograniczony impuls to taki, którego iloczyn $\delta \nu \cdot \delta \tau$ (szerokość profilu spektralnego (wyrażona w jednostkach częstotliwości) pomnożona przez szerokość profilu czasowego impulsu) przyjmuje wartość minimalną (w zależności od rodzaju kształtu profilu czasowego impulsu). W przypadku impulsów gaussowskich $\delta \nu \cdot \delta \tau \approx 0.44$ [25].

zostały wprowadzone do włókna DC o długości 70 cm; zaobserwowane poszerzenie czasowe wyniosło zaledwie 13 fs. Co istotne, nie zaobserwowano zniekształcenia spektrum impulsu pomimo dość mocy średnich przekraczających 100 mW. TPEF wzbudzono w wybarwionych Zielenią Indycyjaninową (ICG, ang. Indocyanine Green) komórkach naczyń krwionośnych myszy [202]. Układ ten został rozwinięty o możliwość obrazowania za pomocą OCT (ang. Optical Coherence Tomography), pozwalając na efektywne obrazowanie adipocytów w tkankach jelita grubego myszy [203], barwionych uprzednio również za pomocą ICG. Główną wadą zaprezentowanego rozwiązania jest konieczność w/w barwienia próbek w celu efektywnego wzbudzenia TPEF, oraz zwiększona podatność tych długości fali ($\lambda \ge 1550$ nm) na absorpcję w próbkach o dużej zawartości wody. Inny ciekawy projekt światłowodowego układu do NLOM pokazała w 2016 r. grupa badaczy z Kanady [204]. Jako źródło światła wykorzystali podobny laser EDFA, generujący femtosekundowe impulsy o długości fali $\lambda_{EDFA} \approx 1550$ nm. Impulsy były emitowane bezpośrednio z włókna SM, którego apertura wyjściowa była zintegrowana z głowicą czujnika (rys. 4.6). Aby uniknąć trudności ze wzbudzeniem TPEF za pomocą λ_{EDFA} , w głowicy wykonano miniaturowy układ do generacji wiązki SHG. Ośrodkiem nieliniowym, o wysokiej wartości podatności $X^{(2)}$ był kryształ Mg:LiNbO₃, który generował wiązkę pobudzającą o następujących parametrach: $\lambda = 780$ nm, $\tau_0 = 150$ fs, $P_{avg} = 50$ mW. Obrazowanie w czasie rzeczywistym było możliwe dzięki wykorzystaniu miniaturowego lusterka umieszczonego na mikro-skanerze typu MEMS (ang. Micro Electro-Mechanical System). Do odbioru sygnału TPEF wykorzystano zwierciadło dichroiczne oraz standardowe włókno MM. Układ pozwalał na obrazowanie próbek zwierzęcego naskórka w trybie in vivo, bez konieczności stosowania dodatkowych barwników.



Rysunek 4.6 Zdjęcie głowicy miniaturowego układu do NLOM. Wiązka wyjściowa lasera EDFA, emitowana ze światłowodu SMF, jest kolimowana za pomocą mini-soczewki (CL). Polaryzację liniową wiązki zapewnia układ pół- oraz ćwierć-falówka (HWP oraz QWP); wiązka jest następnie skupiana za pomocą soczewki (L). Wygenerowany sygnał SHG jest kolimowany przez kolejną soczewkę (L). Dodatkowy filtr (F) znajdujący się przed elementem MEMS eliminuje fundamentalną wiązkę lasera EDFA; optyka obrazująca składa się z dwóch soczewek oraz mini-obiektywu typu GRIN (OBJ). Zaczerpnięte z [204].

4.4. Wykorzystanie włókien typu HC w NLOM

4.4.1. Układy wykorzystujące HCPBF

Poprzednie rozdziały wyraźnie wskazują na efekty dyspersyjne jako główną przeszkodę w efektywnym łączeniu światłowodów z metodami NLOM w ramach jednego układu optycznego. Włókna HCPBF pozwoliły na obejście tego ograniczenia, jako że dość szybko na rynku pojawiły się komercyjne modele o paśmie transmisyjnym w najczęściej wykorzystywanym do MPM przedziale spektralnym, tj. (750-850) nm. HCPBF wykorzystano do MPM po raz pierwszy w pracy Shih-Peng'a i wsp. [205]. Włókno stanowiło element toru optycznego służącego do przesyłania wiązki lasera Ti:Sa do układu mikroskopu fluorescencyjnego. Wykorzystując różne długości fali z pasma transmisyjnego włókna (750-800 nm) pokazali oni, że jakość uzyskanych obrazów komórek liścia Rhaphidophora aurea jest odwrotnie proporcjonalna do czasu trwania impulsu pobudzającego, zgodnie ze wzorem (2.3). Na rysunku 4.7a pokazano prototypowy układ prawdopodobnie pierwszego mikro-endoskopu wykorzystującego HCPBF [206]. Urządzenie ważyło 3.9 g i wykorzystywało HCPBF o długości 1.5 m i strukturze bardzo podobnej do tej z pracy Penga i wsp. Poszerzenie czasowe impulsów ($\lambda_{ex} \approx 800$ nm, $P_{avg} = 100$ mW, $\tau_0 = 150$ fs) wyniosło ok. 2 fs, pozwalając na wzbudzenie TPEF w naczyniach krwionośnych żywej myszy, barwionych dodatkowo fluoresceiną. Układ skanujący stanowił piezoelektryczny mikro-pozycjoner; skupienie wiązki pobudzającej oraz jej odfiltrowanie od sygnału TPEF było możliwe dzięki użyciu dubletu soczewek GRIN oraz mikro-pryzmatu. Moc średnia wiązki pobudzającej wynosiła od 15 do 80 mW; układ dawał możliwość obrazowania struktur biologicznych znajdujących się na głębokości do 80 µm pod powierzchnią zewnętrzną badanej tkanki. W ciągu kolejnych lat pokazanych zostało wiele modyfikacji powyższego układu, m.in. wykorzystujące zwierciadła MEMS [207-209] (rys. 4.7b) oraz pokazane już wcześniej (por. rys. 4.5) cylindryczne skanery piezoelektryczne [210, 211] (rys. 4.7c). Włókna PCF wykorzystywano również jako elementy pre-kompensujące dyspersję impulsów femtosekundowych w celu ich późniejszej kompresji [189, 212]. Szczególnie ciekawa jest ostatnia z wymienionych prac, gdzie badacze stworzyli prawdopodobnie pierwszy na świecie układ MPM pozwalający na obrazowanie szerokopolowe (ang. wide-field), tj. bez zastosowania układu skanującego. W rezultacie proces obrazowania jest dużo szybszy, jednak metoda ta wymaga dużo większych (ok. 104-105 razy) mocy szczytowych impulsów pobudzających, których transmisja za pomocą światłowodów jest szczególnie utrudniona nie tylko ze względu na efekty dyspersyjne włókien, ale również i z powodu mocy szczytowych, znacznie przekraczających próg zniszczenia włókien.

Badaczom udało się jednak obejść ten problem poprzez rozdzielenie impulsów bazowych za pomocą układu złożonego z dwóch linii opóźniających i czterech elementów światłodzielących, a następnie rekonstrukcję impulsów w obszarze głowicy czujnika. Jej schemat, jak i zdjęcie są zaprezentowane na rys. 4.7d. Wszystkie powyższe czujniki wykorzystujące HCPBF



Rysunek 4.7 Różne rodzaje głowie optycznych służących do MPM i wykorzystujących HCPBF. Każda ilustracja przedstawia zarówno schemat optyczny, jak i realizację danej głowicy. (a) Pierwszy na świecie miniaturowy endoskop oparty o włókno HCPBF [206]. Umieszczony na blacie skanera piezoelektrycznego HCPBF poruszał się po krzywych Lissajous, co pozwoliło wiązce wychodzącej z HCPBF na selektywne pobudzanie kolejnych obszarów powierzchni badanej próbki. Biały pasek skali (lewy dolny róg na środkowym zdjęciu wykonanego czujnika) odpowiada długości 1 cm. (b) Układ MPM oparty o zwierciadło MEMS [209]. Obudowa czujnika została wykonana metoda druku 3D; zamiast używać skanera typu piezo badacze zastosowali zwierciadło MEMS. Biały pasek skali (prawy dolny róg) na zdjęciu zrealizowanego czujnika) to odpowiednik 1 cm. (c) Dwa przykłady głowicy światłowodowej do MPM opartej o cylindryczny piezo-skaner. Górny schemat pochodzi z pracy Engelbrechta [211], podczas gdy dolne zdjęcie jest praktyczną implementacją układu przez Harzica i wsp. [210]. Pasek skali na dolnym zdjęciu wynosi 2 mm. (d) Projekt oraz realizacja czujnika do celów MPM w odmianie szeroko-polowej, nie wykorzystującej mechanizmu skanującego [212]. Odpowiednio przygotowany impuls (rozdzieleony na szereg impulsów o niższych energiach), po przesłaniu go przez HCPBF, jest następnie rekonstruowany za pomocą mini-siatki dyfrakcyjnej znajdującej się w głowicy. Bardzo ciekawym rozwiązaniem jest umieszczenie miniaturowej matrycy CCD bezpośrednio w głowicy czujnika – redukuje to straty odebranego sygnału TPEF związane z jego przejściem przez wiele elementów optycznych. W lewym dolnym rogu znajduje się zdjęcie wykonanego czujnika. Biały pasek skali ma długość ok. 1 cm, a średnica głowicy wynosi 8 mm.

charakteryzują się koniecznością zastosowania dodatkowego układu optycznego do celów detekcji sygnału wzbudzonego NLOM. Pojedyncze, wąskie (przeważnie $\Delta\lambda < 150$ nm) pasmo

transmisyjne HCPBF powoduje, że badacze muszą posiłkować się dodatkowymi światłowodami (por. rys. 4.7a-c) lub miniaturową elektroniką detekcyjną, umieszczoną bezpośrednio w głowicy czujnika (por. rys 4.7d). Odbija się to na rozmiarze czujników, jak również i zwiększa stopień ich skomplikowania oraz całkowity koszt. W 2011 roku grupa badaczy z Francji i Wielkiej Brytanii pokonała to ograniczenie poprzez zastosowanie HCPBF o podwójnym płaszczu, tj. DC-HCPBF [213]. Włókno zostało wykorzystane w układzie mikroskopu CARS oraz SRS. Transmisję sygnałów pompy oraz stokesowskiego z niską dyspersją umożliwiał rdzeń powietrzny otoczony przez strukturę fotoniczną, podczas gdy wzbudzone sygnały CARS oraz SRS były zbierane za pomocą szklanego płaszcza wewnętrznego o wysokiej aperturze (rys. 4.8). Pasmo transmisyjne rdzenia powietrznego w/w włókna znajdowało się w przedziale NIR (950 – 1150 nm), i pozwoliło na wzbudzenie



Rysunek 4.8 Schemat optyczny mikroskopu CARS oraz SRS bazującego na włóknie DC-HCPBF [213]. Przekrój poprzeczny tej struktury jest pokazany w lewym dolnym rogu; czerwony pasek skali (dół zdjęcia ukazującego przekrój struktury włókna) odpowiada 10 µm. Płaszcz wewnętrzny znajduje się pomiędzy dwiema mikrostrukturami powietrznymi – pierwsza stanowi kryształ fotoniczny otaczający rdzeń powietrzny, który służy do transmitowania sygnałów piko- oraz femtosekundowych, a druga to granica pomiędzy płaszczem wewnętrznym i zewnętrznym.

drgań molekularnych organicznego kryształu TTB, którego warstwę wytworzono na płytce szklanej. Powyższa praca jest pionierska ze względu na pierwszą na świecie prezentację eksperymentalnej realizacji DC-HCPBF. Geometria tego światłowodu jest jednak absolutnie unikalna, czyniąc go niedostępnym poza laboratorium jego twórców i jednocześnie sprawiając, że jego wytworzenie jest ogromnym wyzwaniem. Dodatkowo, sam układ nie był konstrukcją

kompaktową – jego schemat optyczny jest bardzo podobny do tego znanego z pracy Penga z 2004 roku [205]. Mimo to, DC-HCPBF wydają się mieć dużo większy potencjał, i można oczekiwać ich częstszego pojawiania się w różnych układach optycznych w przyszłości.

4.4.2. Układy wykorzystujące HCARF

Z punktu widzenia MPM, HCARF mają dużo więcej do zaoferowania w porównaniu do HCPBF. Wielokrotne, dużo szersze pasma transmisyjne, jak również i płaskie charakterystyki dyspersyjne w całej szerokości w/w pasm pozwalają, przynajmniej teoretycznie, na stosowanie tych włókien zarówno do celów pobudzenia, jak i detekcji sygnałów odpowiedzi optycznej badanej próbki. HCARF po raz pierwszy wykorzystano w ten sposób jako sondę detekcyjną do spektroskopii Ramana [214]. W eksperymencie wykorzystano HCARF typu Kagomé, który umożliwił detekcję sygnałów Ramana pochodzących toluenu oraz chlorobenzenu. W od roztworów spektroskopii Ramana bazujacej na światłowodach duży problem stanowi silny sygnał tła optycznego wykorzystywanego włókna, pochodzący zarówno od rozpraszania sygnału pobudzającego, jak i luminescencji samego materiału włókna. Sygnał ten jest szeroki spektralnie, co czyni go trudnym do odfiltrowania i negatywnie wpływa na jakość uzyskanego spektrum. W przypadku wykorzystanego Kagomé HCARF zauważono, że sygnał ten silnie sprzęga się z modami płaszcza mikrostrukturalnego, przez co jego rozkład przestrzenny jest zupełnie inny niż w przypadku modów rdzeniowych, do których sprzęga się sygnał Ramana badanej próbki. Dzięki temu, szum tła udało się wydajnie usunąć (natężenie sygnału tła było blisko 2 rzędy niższe) poprzez zastosowanie szczeliny typu pinhole o średnicy odpowiadającej średnicy rdzenia HCARF (ok. 20 µm). Stosując to samo włókno badacze przeprowadzili eksperyment z zakresu fluorescencji [215]. W celu dalszej minimalizacji czujnika, pozbyli się oni objętościowego układu soczewek skupiających sygnał pobudzający i zastąpili go wykonaną z polistyrenu mikrosferą o średnicy równej średnicy rdzenia HCARF (rys. 4.9a). Mikrosfery te pozwalają na generowanie silnie skupionych wiązek światła znanych jako photonic nanojets, i stanowią interesujący obiekt badań z racji na umożliwienie przekroczenia limitu dyfrakcyjnego, manipulowanie pojedynczymi cząsteczkami itp. [216]. W przypadku włókien HCARF mikrosfery te są szczególnie atrakcyjne, ponieważ mogą one wypełnić rdzeń włókna, co z kolei zapewnia maksymalną efektywność skupienia wiązki propagującej [217]. We wspomnianej wcześniej pracy [215] badaczom udało się wzbudzić i odebrać fluorescencję cząsteczek barwionych za pomocą markera fluorescencyjnego Alexa Fluor 647. Stężenia badanych próbek wynosiły 3 nM, znacznie przekraczając w ten sposób czułości oferowane

przez układy bazujące na włóknach standardowych. W innej pracy, badacze z Rosji i USA wykorzystali SRC-HCARF oraz mikrosferę wykonaną ze szkła barowo-tytanowego (BTG, ang. *Barium-Titanate Glass*) do chirurgii laserowej. Mikrosfera została wprowadzona do rdzenia włókna (Rys. 4.9b),



Rysunek 4.9 (a) Schemat układu pobudzenia-detekcji fluorescencji za pomocą włókna HCARF oraz mikrosfery [215]. Warto zwrócić uwagę, że pomiędzy HCARF a mikrosferą znajdowało się mikroskopowe szkiełko nakrywkowe. HCARF był najpierw pozycjonowany względem przyczepionej do szkiełka mikrosfery za pomocą układu mechanicznego, a następnie przyklejany do samego szkiełka. Dwie wewnętrzne ilustracje pokazują zdjęcie przekroju zastosowanego HCARF oraz komputerową wizualizację mikrosfery wykonanej z polistyrenu. Biały pasek skali na tej ostatniej ilustracji odpowiada 5 μm. (b) Zdjęcie przekroju poprzecznego włókna SRC-HCARF z wsuniętą w rdzeń mikrosferą wykonaną ze szkła BTG [218]. Pasek skali w prawym dolnym rogu wynosi 25 μm.

umożliwiając silne skupienie wiązki o długości fali 2.94 µm [218]. Uzyskano w ten sposób gęstości mocy na poziomie $30 \frac{J}{cm^2}$ w punkcie skupienia – blisko 10 razy więcej, niż jest wymagane do efektywnej ablacji tkanek. Powyższe wyniki są bardzo ciekawe z punktu widzenia minimalizacji układów światłowodowych stosowanych w metodach biomedycznych i biochemicznych, jednak nie dotyczą one optycznych zjawisk nieliniowych. Faktyczne zastosowanie HCARF w układzie MPM pokazano dopiero w 2016 r. w pracy Sherlocka i wsp. [219]. Stworzyli oni układ bliźniaczo podobny do tego znanego z pracy Penga [205], zamieniając jedynie HCPBF na HCARF o płaszczu typu *parachute* (por. rys. 3.2). Niedługo potem zaprezentowali oni kompaktową implementację w/w układu, tworząc konstrukcję 'ręcznego' mikroskopu wielofotonowego [220] o wymiarach (35x35x7) cm. Podobnie jak w ich poprzedniej pracy, zastosowanie HCARF umożliwiło pominięcie układu kompensacji dyspersji, jednak również i tutaj włókno to wykorzystano jedynie do celów transmisji femtosekundowego sygnału pobudzającego z zakresu 700-800 nm. W podobny sposób

wykorzystali włókno Kagomé HCARF badacze z Austrii [221]. Skompresowali oni dodatkowo impulsy bazowe lasera Ti:Sa, zmniejszając czas ich trwania z 80 fs do ok. 15 fs. Stosując Kagomé HCARF dostarczone przez firmę GLOphotonics (PMC-C-TiSa_Er-7C) udało im się przetransmitować w/w impulsy do układu mikroskopu świetlnego bez widocznych zniekształceń czasowych oraz spektralnych. Biorąc pod uwagę fakt, że spektrum tak skompresowanego uprzednio impulsu miało szerokość ok. 150 nm, płaska charakterystyka dyspersyjna zastosowanego HCARF ma jeszcze większe znaczenie. Badaczom udało się w proponowanym układzie przeprowadzić eksperyment wzbudzenia TPEF w próbce tkanki mysiego jelita. Cały układ był jednak (oprócz elementów pre-kompensujących), po raz kolejny, bardzo podobny do układów znanych z prac [205] czy [219]. Mimo to, jest to pierwsza demonstracja wykorzystania do MPM impulsów o czasie trwania < 20 fs, przesłanych uprzednio za pomocą włókna optycznego. Wszystkie powyższe prace zostały niejako scalone przez Lombardiniego i wsp. w 2018 roku [222]. Wykorzystali oni najbardziej zaawansowane osiągnięcia technologii światłowodowej i optomechanicznej, dzięki czemu udało im się stworzyć światłowodowy układ endoskopu NLOM oparty o pojedynczy HCARF (rys. 4.10).



Rysunek 4.10 Schemat układu endoskopu NLOM opartego o włókno DC-HCARF [222]. W prawym górnym rogu znajduje się zdjęcie przekrojowe DC-HCARF wraz z zespoloną z samym włóknem mikrosferą polistyrenową. W prawym dolnym rogu pokazane są obrazy tkanki jelita ludzkiego; kolor zielony odpowiada włóknom kolagenowym, które dają silną odpowiedź SHG, podczas gdy kolor czerwony pochodzi o komórek tłuszczowych (adipocytów). Złożenie obydwóch obrazów (po prawej) pokazuje zalety obrazowania wielofunkcjonalnego i wielofotonowego.

Włókno ma strukturę typu DC-HCARF, z rdzeniem powietrznym służącym do transmisji impulsów pobudzających, oraz szklanym płaszczem wewnętrznym o wysokiej aperturze

numerycznej, zbierającym odpowiedź optyczną badanej próbki. W rdzeniu włókna od strony detekcyjnej (tj. najbliższej próbce) została umieszczona mikrosfera, pozwalająca na uzyskanie rozdzielczości na poziomie pojedynczych µm. Co ważne, mikrosfera została umieszczona w rdzeniu na stałe – wykorzystano do tego celu laserową stację obróbki szkła, która pozwoliła na delikatne podgrzanie punktów kontaktowych pomiędzy mikrosferą a włóknem. Umożliwiło to zespojenie DC-HCARF i mikrosfery, przy jednoczesnym utrzymaniu pierwotnego kształtu struktury Kagomé. Tak przygotowane włókno zostało umieszczone w układzie cylindrycznego skanera piezo; dodatkowe skupienie wiązki w celu zwiększenia wydajności pobudzenia, jak również i umożliwienia wykorzystania płaszcza wewnętrznego DC-HCARF zostało zapewnione przez układ soczewek GRIN. Endoskop był zamknięty wewnątrz metalowej obudowy o średnicy ok. 4 mm, i przeprowadzono za jego pomocą jednoczesne obrazowanie SHG oraz CARS wycinków ludzkiej tkanki jelitowej, bez uprzedniego ich barwienia. Rozdzielczość lateralna wynosiła ok. 0.83 µm, pole widzenia FOV (ang. Field of View) - 320 µm; układ pozwalał na zebranie pojedynczego obrazu badanego obszaru w ciągu ~0.8 s. Powyższy układ pozwolił na uzyskanie doskonałych wyników, należy jednak pamiętać, że wymaga on znacznych nakładów finansowych i czasowych – zarówno związanych z realizacją samego włókna, jak i na urządzenia pozwalającego na zestalenie mikrosfery i światłowodu. Na koniec tej sekcji warto zauważyć, że HCARF, pomimo ich ogromnego potencjału, są w pewnym sensie pomijane w zastosowaniach NLOM w biologii i medycynie. Spowodowane jest to prawdopodobnie niską dostępnością tego rodzaju włókien; dodatkowo, problem stwarza również łączenie ich z innymi elementami światłowodowymi, co jest związane z ich mikrostrukturą, która może stwarzać istotne problemy przy np. spawaniu HCARF. Na chwilę obecną jednak, HCARF są jedynymi włóknami, które dają nadzieję na stworzenie prostych układów NLOM o minimalnej inwazyjności zarówno optycznej, jak i mechanicznej. Ta ostatnia właściwość może zostać spełniona w przypadku urządzeń bazujących na pojedynczych włóknach, które z racji swoich niewielkich średnic pozwalają na penetrację tkanek bez ryzyka ich uszkodzenia [223, 224].

4.5. Podsumowanie

W niniejszym rozdziale przedstawiono zarówno podstawy fizyczne zjawisk związanych ze zniekształceniem czasowym (dyspersja prędkości grupowej) oraz spektralnym (samomodulacja fazy) ultrakrótkich impulsów propagujących we włóknach światłowodowych. Pokazano różne rodzaje światłowodowych układów do NLOM, ze szczególnym uwzględnieniem tych bazujących na włóknach o pustym rdzeniu, z racji na ich unikalne właściwości dyspersyjne, pozwalające na transmisję ultrakrótkich sygnałów laserowych o wysokich mocach bez zniekształceń spektralnych i czasowych. Pokazano wady i zalety tego typu konstrukcji, oraz przedstawiono potencjał wykorzystania ich w przyszłości do stworzenia czujników bazujących na pojedynczym włóknie światłowodowym.

5. HCARF – potencjał transmisyjny w zakresach spektralnych niedostępnych dla innych materiałów

Przedstawione w poprzednich rozdziałach cechy HCARF wprost pokazują ich potencjał w badaniach z zakresu optyki nieliniowej. Mimo to wykorzystanie ich w układach czujnikowych jest wciąż dość słabo poznane, co może być spowodowane wspomnianymi wcześniej problemami związanymi z ich dostępnością oraz ciągle nieustalonym modelem fizycznym, który w pełni tłumaczyłby wszystkie aspekty propagacji fal EM w tego typu włóknach. Wydaje się więc być zasadnym, aby specyfikę HCARF poznawać nie tylko od strony laboratoryjnej, poprzez konstruowanie kolejnych układów optycznych, ale również i od strony bardziej teoretycznej, poprzez modelowanie tego rodzaju struktur. HCARF pozwalają na transmisję sygnałów o długościach fal niedostępnych dla jakichkolwiek innych światłowodów (por. tabela 3.1), będąc dodatkowo dużo mniej ograniczonymi konstrukcyjnie w porównaniu do HCPBF. Kluczowy wydaje się być tutaj fakt, że w przypadku HCARF najistotniejsza dla ich własności optycznych jest część mikrostruktury w bezpośrednim sąsiedztwie rdzenia, co sugerowano w innych publikacjach [110, 150].

W niniejszym rozdziale zaprezentowane zostaną powyższe zalety włókien typu HCARF na podstawie symulacji właściwości optycznych włókna o strukturze Kagomé. Zaproponowana struktura, pokazana po raz pierwszy w dysertacji H. Stawskiej [149], została zasymulowana na dwóch różnych materiałach - szkle krzemionkowym (SiO2) oraz szkle akrylowym -PMMA. Ten ostatni materiał został wybrany z racji rosnącego zainteresowania mikrostrukturalnymi włóknami polimerowymi (mPOF, ang. Microstructured Plastic Optical Fibers), które ze względu na wysoką odporność na zginanie, trwałość, elastyczność oraz neutralność biologiczną są interesującą alternatywą dla włókien szklanych w zastosowaniach czujnikowych [225]. Pokazany został efekt wysokiej koncentracji pola modowego wewnątrz pustego rdzenia włókna, dzięki czemu udało się znacznie zredukować dyspersję oraz wartości tłumienności włókna. Powyższy efekt jest szczególne istotny w przypadku PMMA, jako że sugeruje możliwość wykorzystania tego materiału do produkcji HCARF o tłumienności znacznie niższej, niż pozwalałyby na to własności optyczne samego PMMA. Dodatkowo, struktura została również opisana za pomocą modelu wielowarstwowego [150], który założenie traktowania szklanych połączeń struktury jako potwierdził Kagomé dwuwymiarowych warstw materiału płaszcza, dodatkowo modyfikujących pasmo transmisyjne włókna. Warto również zwrócić uwagę, że struktura podobna do proponowanej, została zaprezentowana eksperymentalnie w pracy Huanga i wsp. [96], co sugeruje możliwość jej praktycznej realizacji. Zaprezentowane w tym rozdziale wyniki zostały opublikowane w pracy [7].

5.1. Struktura antyrezonansowego włókna typu Kagomé o zredukowanej ilości materiału w bezpośrednim sąsiedztwie rdzenia

Struktura wykorzystana podczas przedstawionych symulacji powstała na bazie sieci typu Kagomé, zaprezentowanej na rysunku 5.1. Materiałem bazowym były szkło krzemionkowe (SiO₂) oraz szkło akrylowe (PMMA), których współczynniki załamania (dla pasma 500-900 nm) zostały określone na podstawie równania Sellmeiera dla obydwóch wymienionych materiałów:

$$n_{PMMA}^2 - 1 = \frac{0.99654\lambda^2}{\lambda^2 - 0.0787} + \frac{0.18964\lambda^2}{\lambda^2 - 0.02191} + \frac{0.00411\lambda^2}{\lambda^2 - 3.85727},$$
(5.1)

$$n_{SiO_2}^2 - 1 = \frac{0.69617\lambda^2}{\lambda^2 - 0.06840^2} + \frac{0.40794\lambda^2}{\lambda^2 - 0.11624^2} + \frac{0.89748\lambda^2}{\lambda^2 - 9.89616^2},$$
(5.2)

gdzie λ to interesująca nas długość fali a *n* to odpowiadający jej współczynnik załamania badanego materiału. Wzory (5.1) oraz (5.2) zostały przedstawione, kolejno, w pracach [226] oraz [227]. Bazując na (3.7) otrzymano wzór na grubość ścianek kapilar tworzących strukturę [91]:

$$d_0 = \frac{\lambda_l(2l+1)}{4\sqrt{n_2^2 - n_1^2}},\tag{5.3}$$

gdzie λ_k to wybrana antyrezonansowa długość fali *k*-tego rzędu (k = 0, 1, 2, ...), n_l oraz n_2 to, kolejno, współczynniki załamania ośrodka wokół kapilary oraz materiału samej kapilary, a d_0 to grubość ścianki kapilary. Zakładając, że rdzeń samego włókna, jak i wnętrze kapilar są wypełnione powietrzem ($n_1 \approx 1$), a następnie podstawiając $\lambda_k = 760$ nm oraz k = 1, uzyskano $d_0 = d_{SiO2} = 540$ nm (kapilary wykonane z SiO₂) lub $d_0 = d_{PMMA} = 520$ nm (kapilary wykonane z PMMA). Wybór λ_k był spowodowany popularnością tej długości fali w zastosowaniach chemicznych i biologicznych, szczególnie w eksperymentach z zakresu mikroskopii i spektroskopii wielofotonowej. Podniesienie wartości indeksu k spowodowało zwiększenie całkowitej grubości ścianek kapilar, czyniąc proponowaną strukturę potencjalnie łatwiejszą do wykonania. Promień wewnętrzny i zewnętrzny kapilar wyniosły, kolejno, $R_{in} = 3.31$ µm oraz $R_{out} = 3.81$ µm, co z kolei przełożyło się na połączenia między kapilarami o grubościach a = 1.06 µm oraz b = 0.55 µm. Połączenia te potraktowano jako obiekty 2D, gdzie każdy wymiar był traktowany jako odrębna warstwa materiału płaszcza, mająca wkład w pasmo transmisyjne modelowanej struktury; szersza analiza tego problemu jest opisana w sekcji 5.4. Szczegóły dotyczące optymalizacji kształtu struktury, wpływu gięcia na jej pasmo transmisyjne, czy zagadnienia związane z symulacjami numerycznymi, takie jak testy zbieżności, dobranie odpowiednich parametrów siatki symulacyjnej w celu uzyskania wiarygodnych wyników itp., są dokładnie przedstawione w pracach [7, 149] i nie będą poruszane w ramach prezentowanej dysertacji.



Rysunek 5.1 Zamodelowane struktury Kagomé HCARF. (a) Bazowa struktura światłowodu typu Kagomé, opisana w tekście jako '7-*cell*' (b) Zbliżenie na fragment struktury ukazujące promień wewnętrzny (R_{in}), zewnętrzny (R_{out}) oraz odległość pomiędzy kapilarami – stała siatki (Λ). Grubość ścianki $d_0 = R_{out} - R_{in}$. (c) Rozpora (ang. *strut*) – połączenie między bezpośrednio stykającymi się kapilarami, powstające w trakcie procesu wyciągania włókna. Połączenie jest elementem 2D o wymiarach *a* (poprzecznym) oraz *b* (podłużnym), przez co można rozważać je jako dodatkowe warstwy materiału mające wpływ na ostateczny kształt pasma transmisyjnego włókna (szczegółowy opis w sekcji 5.4). (d) Struktura typu '*star*', będąca modyfikacją struktury 7-*cell*. W pierwszym rzędzie kapilar otaczających rdzeń pominięto co drugą kapilarę, efektywnie zmniejszając całkowitą ilość szkła wokół rdzenia, co z kolei pozytywnie wpłynęło na straty transmisyjne wynikające z wyciekania modów rdzeniowych.

5.2. Transmisja światłowodu o płaszczu Kagomé – wpływ materiału oraz modyfikacji struktury w otoczeniu rdzenia na straty oraz pasmo transmisyjne włókna

Symulację pasm transmisyjnych obydwóch przedstawionych struktur wykonano dla modu podstawowego typu HE₁₁. Wpływ modyfikacji geometrycznych na straty falowodowe (*SF*) struktur w ich paśmie transmisyjnym można zobaczyć na rysunku 5.2. W paśmie 700-850 nm struktura *star* wykazuje mniejsze straty od struktury *7-cell*, niezależnie od materiału wykorzystanego do symulacji. Minimalne straty w w/w oknie spektralnym wynoszą *SF_{min_PMMA}* ≈ 0.11 dB/m dla $\lambda = 780$ nm oraz *SF_{min_SiO2}* ≈ 0.08 dB/m dla $\lambda = 789$ nm. W przypadku struktury typu *7-cell*, dla tych samych długości fali, odpowiadające straty to 0.43 dB/m (PMMA) oraz 0.34 dB/m (SiO₂). Na całej szerokości okna transmisyjnego 700-850 nm *SF_{star}* < 1 dB/m, niezależnie od materiału struktury. Taka wartość *SF* jest wystarczająco dobra, aby rozważać wykorzystanie tak skonstruowanego włókna do celów transmisji impulsów świetlnych na krótkich, kilkumetrowych odcinkach.



Rysunek 5.2 Straty struktur typu 7-*cell* oraz *star*, wykorzystujących jako materiał symulacyjny SiO₂ (**a**) lub PMMA (**b**). Na wykresach wewnętrznych zaprezentowano fragmenty widm z przedziału 725-850 nm, aby dokładniej pokazać różnice pomiędzy obydwiema strukturami. Niezależnie od zastosowanego materiału struktura *star* wykazuje dużo mniejsze tłumienności, co jednocześnie wskazuje na jej potencjał modyfikacyjny.

Powyższa sytuacja nie ma miejsca w przypadku struktury 7-*cell*, której straty zaczynają gwałtownie rosnąć w miarę wzrostu długości fali, i na skraju pasma, dla $\lambda = 850$ nm, osiągają wartość 7.97 dB/m (SiO₂) lub 9.23 dB/m (PMMA). Potencjalne pasmo transmisyjne struktury 7-*cell* jest więc węższe o ok. 50 nm w porównaniu do struktury *star*. Potencjalną przyczyną tak dużych różnic w *SF* jest fakt występowania (w przypadku struktury 7-*cell*) większej ilości materiału struktury w bezpośrednim sąsiedztwie rdzenia ze względu na większa ilość kapilar go otaczających. Porównanie widm *SF* struktury *star* symulowanej na SiO₂ oraz PMMA jest przedstawione na rysunku 5.3. Różnice są bardzo niewielkie, co można uzasadnić dużym podobieństwem struktur – różnica pomiędzy współczynnikami załamania PMMA oraz SiO₂ dla $\lambda = 760$ nm wynosi $\Delta n \approx 0.03$, co z kolei przełożyło się na niewielką różnicę pomiędzy grubościami ścianek kapilar obu struktur, wynoszącą 20 nm. W rezultacie obie struktury zachowują się bardzo podobne, jednak należy pamiętać, że wpływ na całkowite straty będzie miała również wpływ absorpcja każdego z materiałów, wyrażana w postaci współczynnika ekstynkcji [228]:

$$\tilde{n} = n + i\kappa, \tag{5.4}$$

gdzie \tilde{n} to zespolony współczynnik załamania, n to współczynnik załamania związany z prędkością fazową $\left(n = \frac{c}{v}\right)$, i to jednostka urojona a κ to współczynnik ekstynkcji. O ile absorpcja SiO₂ w paśmie VIS-NIR jest bardzo niska (współczynnik ekstynkcji $\kappa(\lambda)_{SiO2} \leq 10^{-7}$ dla $\lambda = \langle 0.4, 1 \rangle \mu m$, na podstawie [229]) i można ją pominąć, o tyle w przypadku PMMA szybko zaczyna ona narastać na granicy VIS/NIR, co skutkuje wartościami tłumienia sygnałów



Rysunek 5.3 Porównanie widma strat struktury *star* symulowanej na SiO₂ oraz PMMA. Widma są bardzo podobne, a rozbieżności, wynikają z błędów numerycznych, błędów wynikających z dopasowania widma (linie ciągłe) do danych symulacyjnych (linie przerywane) oraz faktycznej różnicy pomiędzy n_{PMMA} oraz n_{SiO2} .

optycznych mogącymi wynosić dziesiątki, a nawet setki dB/m dla $\lambda > 850$ nm [138]. W związku z tym przeprowadzono dodatkową symulację strat struktury *star* wykonanej z PMMA, uwzględniającą również straty wynikające z wysokiej absorpcji materiałowej PMMA. Do symulacji przyjęto stałą wartość $k_{PMMA} = 3 \times 10^{-5}$ [230] w całym przedziale spektralnym $\lambda = \langle 600, 850 \rangle$ nm, podczas gdy obliczenia przeprowadzono w oparciu o (*n,k*) *Material Model*, będący wbudowanym modelem środowiska Lumerical[®] MODE Solutions [231]. Porównanie widm strat całkowitych oraz strat samej struktury *star* wykonanej z PMMA zaprezentowano na rysunku 5.4. Całkowite straty są widocznie większe od strat samej struktury pokazanych wcześniej na 5.2a, szczególnie w przedziale 600-700 nm, gdzie wzrosły one z ~2×10⁻³ dB/m do ~3×10⁻¹ dB/m. Jest to jednak jedyny obszar tak dużego przyrostu strat, które począwszy od $\lambda = 700$ nm ulegają stabilizacji i ich poziom, aż do $\lambda = 850$ nm, nie przekracza 1 dB/m. Wyniki te wskazują, że z punktu widzenia właściwości optycznych HCARF mają potencjał niwelowania ograniczeń samego materiału, z którego są wykonane. Staje się to tym bardziej

widoczne, gdy porównamy uzyskane wyniki ze stratami komercyjnie dostępnych, klasycznych włókien plastikowych o pełnym rdzeniu, które przy $\lambda = 850$ nm wynoszą ~3 dB/m [232].



Rysunek 5.4 Porównanie strat falowodowych *SF* (czerwona linia) oraz strat całkowitych (straty falowodowych *SF* + strat związanych z absorpcją materiału *SM*, czarna linia) struktury *star*. Straty wynikające z absorpcji materiału zostały przyjęte jako stałe w całym zakresie spektralnym, czego efektem jest podniesienie całkowitego poziomu strat o wartość związaną z samym współczynnikiem ekstynkcji PMMA. Straty zaraz po przekroczeniu 700 nm ulegają stabilizacji, i ostatecznie różnica w interesującym (z punktu widzenia eksperymentu) paśmie wynosi ok. ~0.3 dB/m pomiędzy obydwoma modelami, co można zobaczyć na wewnętrznym wykresie stanowiącym powiększenie przedziału 725-850 nm.

5.3. Właściwości dyspersyjne struktury

Ponieważ w przypadku światłowodów fotonicznych o pustym rdzeniu mamy do czynienia z modami wyciekającymi, a nie związanymi, dlatego zawsze obserwuje się tłumienie związane z częściową propagacją modu poprzez materiał struktury płaszcza. Odsetek tej mocy (ang. *power fraction*), bezpośrednio wpływa na zarówno na straty włókna, jak i na jego właściwości dyspersyjne. W celu określenia stopnia pokrycia efektywnego pola modu propagującego i obszaru mikrostruktury wykorzystuje się następujący wzór [233]:

$$\eta = \iint_{A_{SiO_2}} S_Z dA \left(\iint_{A_{\infty}} S_Z dA \right)^{-1},$$
(5.5)

gdzie S_Z to wartość składowej z (wzdłużnej) wektora Poyntinga, określająca wartość strumienia mocy pola EM propagującego przez daną powierzchnię. Całkowanie odbywa się po powierzchni przekroju poprzecznego obszaru materiału struktury (A_{SiO2}) oraz przekroju poprzecznego całej struktury (A_{∞}). Zależność $\eta(\lambda)$ jest przedstawiona na rysunku 5.5a. Porównując rys. 5.5a z rys. 5.2 łatwo jest zauważyć, że wraz ze wzrastającym η rośnie również wartość *SF* dla każdej ze struktur. Obserwacja ta pokazuje wprost, że stopień pokrycia ścianek



Rysunek 5.5 (a) Zależność ułamka mocy modu rdzeniowego propagującego w strukturze włókna od długości fali – $\eta(\lambda)$. Czerwona i czarna charakterystyka dotyczą, kolejno, struktury *star* oraz 7-*cell*. Wyniki są przedstawione w skali logarytmicznej, w odniesieniu do całkowitej mocy propagującej w zaprojektowanym włóknie. (b) Obliczone efektywne pola modu podstawowego dla struktury 7-*cell* oraz *star*. Kształt zależności $A_{eff}(\lambda)$ jest taki sam dla obu struktur, jednak struktura *star* wyróżnia się nieco wyższym A_{eff} , w stosunku do struktury 7-*cell*.

kapilar tworzących strukturę przez pole modów rdzeniowych jest czynnikiem mającym istotny wpływ na tłumienie struktury oraz, w konsekwencji, jej parametr dyspersyjny. Pokrycie to jest powiązane bezpośrednio z efektywnym polem modu, zdefiniowanym za pomocą wzoru (4.9). Zależność $A_{eff}(\lambda)$ jest przedstawiona na rysunku 5.5b. Z przedstawionych wykresów wynika, że w przypadku obydwóch modelowanych struktur A_{eff} jest odwrotnie proporcjonalne do λ , co zostało ostatnio również zaobserwowane w pracy Hasana i wsp. [234] dla włókna o podobnej strukturze. Dodatkowo, pomimo mniejszych wartości $\eta(\lambda \ge 750 \text{ nm})$ struktury *star* wykazuje ona nieco większe wartości A_{eff} w porównaniu do 7-*cell*. Spowodowane to może być swego rodzaju wnikaniem propagującego modu w obszary, w których brak kapilar tworzących strukturę. Można również przypuszczać, że siła sprzężenia modu rdzeniowego do modów struktury będzie większa w przypadku włókna 7-*cell* ze względu na większą ilość szkła wokół rdzenia. Wyznaczone powyżej wartości A_{eff} zostały wykorzystane do obliczenia parametru dyspersyjnego *D* modelowanego światłowodu. Zależność pomiędzy promieniem pola modu, ω_{II} , a dyspersją falowodową, $\beta_{\omega2}$, dla słabo prowadzących falowodów cylindrycznych, została po raz pierwszy wyprowadzona przez Petermann'a [235]:

$$\beta_{\omega 2} = -\frac{\lambda^3}{4\pi^3 c^2} \frac{d}{d\lambda} \left(\frac{\lambda}{n_{mat} \omega_{II}^2} \right), \tag{5.6}$$

$$\omega_{II} = \sqrt{\frac{\int_0^\infty E^2(r)rdr}{\int_0^\infty \left(\frac{dE}{dr}\right)^2 rdr}},$$
(5.7)

gdzie n_{mat} jest współczynnikiem załamania materiału rdzenia, λ to długość fali propagującego modu, a ω_{II} to ogólna zależność opisująca promień pola modu. We wszystkich powyższych sytuacjach rozważano wspomniany już wcześniej mod podstawowy HE₁₁, którego *E* można opisać funkcją Gaussa¹¹. W związku z powyższym zakładamy, że $\omega_{II} = \omega_0$ oraz $A_{eff} = \pi \omega_0^2$. Co istotne, równanie (5.6) zostało zastosowane również do opisu dyspersji włókien mikrostrukturalnych [236]. Wykorzystując w/w założenia, (5.6) przyjmuje następującą postać:

$$\beta_{\omega 2} = \frac{\lambda^3}{4\pi^3 c^2} \left(\frac{1}{A_{eff}} \left(\frac{\lambda}{A_{eff}} \frac{d}{d\lambda} A_{eff} - 1 \right) \right), \tag{5.8}$$

W przypadku światłowodów typu HC dominującym rodzajem dyspersji jest dyspersja falowodowa [172], dlatego też *D* tego rodzaju włókien można obliczyć z poniższego wzoru:

$$D = -\frac{2\pi c}{\lambda^2} \beta_{\omega 2} \tag{5.9}$$

Zależność $D(\lambda)$ dla struktury typu *star* opartej o SiO₂ oraz PMMA została przedstawiona na rysunku 5.6. Różnice pomiędzy obydwoma przypadkami są bardzo niewielkie, a w przypadku



Rysunek 5.6 Zależność $D(\lambda)$ dla struktury typu *star* wykonanej z SiO₂ (czerwona linia) lub PMMA (czarna linia). Ponieważ przeciętna szerokość połówkowa FWHM impulsów wytwarzanych przez standardowe femtosekundowe źródła Ti:Sa zawiera się w przedziale (100,200) fs można uznać, że wpływ przedstawionej struktury światłowodowej na rozmycie dyspersyjne w/w impulsu jest znikomy.

¹¹ Pole gaussowskie opisujemy następującym wzorem: $E \propto \exp(-r^2/\omega_0^2)$, gdzie ω_0 odpowiada promieniowi wiązki w punkcie, w którym amplituda pola spada do wartości *1/e*.

okna transmisyjnego 700-800 nm obydwie krzywe są praktycznie identyczne. Jest to dodatkowym potwierdzeniem wyników z rys. 5.5a – niski procent mocy propagującej w szkle skutkuje niską wartością parametru dyspersyjnego, który w przypadku modelowanej struktury wynosi $D \in \langle 1.5, 3.5 \rangle \frac{ps}{nm \times km}$, niezależnie od zastosowanego materiału. Wyniki te są podobne do uzyskiwanych przez inne grupy badawcze zajmujące się modelowaniem i wytwarzaniem światłowodów typu HCARF [94, 141, 219], i wskazują na potencjał tego typu struktur do celów transmisji ultrakrótkich impulsów laserowych o wysokiej energii. Ciekawą wydaje się być również możliwość wykorzystania PMMA do produkcji tego typu struktur. Parametr dyspersyjny komercyjnych włókien POF wynosi nawet kilkaset $\frac{ps}{nm \times km}$ [237], co wyklucza ich zastosowanie jako potencjalnego medium transmisyjnego ultrakrótkich impulsów świetlnych. Uzyskane wyniki pokazują, że struktury typu HCARF mogą znacznie rozszerzyć możliwość wykorzystania włókien mPOF w dziedzinie optyki nieliniowej. Warto również zaznaczyć, że mPOF mają szansę sprawdzić się jako elementy czujnikowe w badaniach medycznych i biologicznych ze względu na ich obojętność biologiczną oraz znacznie większą elastyczność w porównaniu do włókien szklanych [238].

5.4. Połączenia pomiędzy kapilarami tworzącymi strukturę typu HCARF – przybliżenie za pomocą modelu wielowarstwowego

Modyfikacja wartości *R*_{out} kapilar struktury HCARF bezpośrednio wpływa na wymiary połączeń między kapilarami (rys. 5.1b, c). Połączenia te, jak pokazano w wielu innych pracach [149, 156, 239, 240], mają duży wpływ na ostateczny kształt widm transmisyjnych włókien tego typu. Istotnie, zachowują się one jak dodatkowe warstwy materiału o swoich własnych częstotliwościach rezonansowych, odrębnych od tych, które są właściwe dla ścianek kapilar tworzących strukturę. Zgodnie z modelem ARROW, długości fali ulegające największemu tłumieniu, tj. ulegające konstruktywnej interferencji w ściankach kapilar struktury i dzięki temu silnie wyciekające z obszaru rdzenia (por. rozdział 3.3) spełniają następujące równanie [82]:

$$\lambda_m = \frac{2d_i}{m} \sqrt{n_2^2 - n_1^2},$$
(5.10)

gdzie d_i to grubość *i*-tej warstwy materiału płaszcza, λ_m to rezonansowa długość fali *m*-tego rzędu (m = 0, 1, 2,...), a n_1 oraz n_2 to współczynniki załamania, kolejno, materiału rdzenia (w przypadku włókien HC $n_1 = 1$) oraz płaszcza. Na podstawie analizy zależności pomiędzy d_i i λ_m dla struktury *star* wywnioskowano, że optymalna wartość R_{out} wynosi wspomniane wcześniej 3.81 µm, co jest związane z faktem nakładania się na siebie pasm rezonansowych pochodzacych od ścianek kapilar (wymiar d) oraz wymiarów a i b połaczeń [7, 149]. Warto jednak zwrócić uwagę, że potraktowanie tych połączeń jako obiektów 2D, gdzie każdy wymiar stanowi odrębną warstwę materiału płaszcza, jest nieco odmienne od podejścia znanego z innych prac w których rozpatrywano je jako elementy o pojedynczym wymiarze [156, 239] lub ignorowano ich wpływ na strukturę [108]. Symetria obrotowa włókna wskazuje jednak, że pole propagującego modu oddziałuje z warstwami materiału o różnych wymiarach. Aby sprawdzić poprawność tej interpretacji, przybliżono strukturę star uproszczonym modelem wielowarstwowym (tj. pomijającym efekt kształtu kapilar) zaprezentowanym przez Wang i Dinga [150]. Model ten jest rozwinieciem interpretacji geometrycznej włókien typu HCARF, zaprezentowanej po raz pierwszy przez Litchinitser i wsp. [154], która przybliża je dwuwymiarową strukturą Bragga o symetrii kołowej. Tak jak wspomniano wcześniej, dodatkowe piki rezonansowe pochodzące od wymiarów $a = 1.06 \,\mu\text{m}$ i $b = 0.55 \,\mu\text{m}$ (dla $R_{out} =$ 3.81 µm), wynoszą $\lambda_a = 560$ nm oraz $\lambda_b = 580$ nm. Ponieważ główny pik rezonansowy pochodzący od wymiaru d (grubość ścianek kapilar) występuje przy $\lambda_d = 570$ nm, obserwowany jest efekt nałożenia się na siebie λ_a , λ_b i λ_d , co spowodowało powstanie jednego obszaru spektralnego ($\lambda \in (530, 580)$ nm) o wysokim tłumieniu (por. rys. 5.4). W celu lepszej separacji pików rezonansowych, zwiększono R_{out} do 3.85 µm, co spowodowało przesunięcie λ_a i λ_b , które wyniosły, kolejno, 680 nm i 650 nm. Wymiary d, a i b zostały potraktowane jako wymiary kolejnych warstw szkła, które pole modowe 'napotyka' propagując radialnie na zewnątrz struktury. Na tej podstawie stworzono warstwowe przybliżenie struktury star, strukturę 3-pierścieniowa, w sposób zaprezentowany na rysunku 5.7. Poszczególne szklane pierścienie, oznaczone numerami 1, 2 i 3, odpowiadają wymiarom d, a oraz b, pokazanym na rys. 5.1. Promienie tych pierścieni odpowiadają kolejności pojawiania się elementów o w/w wymiarach w oryginalnej strukturze, patrząc od jej środka. Obliczona dla modelu 3pierścieniowego zależność $SF(\lambda)$, przedstawiona na rys. 5.8, potwierdziła występowanie maksimów tłumienia dla λ_a oraz λ_b . Obserwowane maksima strat dla $\lambda = 650$ nm oraz $\lambda = 680$ nm odpowiadają tym, które wyznaczono ze wzoru (5.10). Warto zwrócić uwagę, że na rysunku 5.8 przedstawiono $SF(\lambda)$ dla trzech przypadków – struktury z pojedynczym, podwójnym oraz potrójnym pierścieniem. Wprowadzanie kolejnych warstw materiału płaszcza powoduje, oprócz pojawiania się dodatkowych maksimów tłumienia, ciągłe obniżanie się poziomu strat włókna, co jest zgodne m.in. z [150]. Powyższe wyniki potwierdzają słuszność założenia dwuwymiarowego zachowania połączeń pomiędzy kapilarami, a dodatkowo pokazują, że struktury HCARF można przybliżyć (do pewnego stopnia) prostszymi modelami.


Rysunek 5.7 Struktura *star* (po lewej) oraz jej przybliżenie w postaci struktury składającej się z 3-ech szklanych pierścieni (po prawej). Grubość ścianki każdego z pierścieni odpowiada grubości elementu struktury *star* wskazanemu przez strzałkę. Zgodnie z powyższymi oznaczeniami, $1 \equiv d = 0.54 \,\mu\text{m}$, $2 \equiv a = 0.98 \,\mu\text{m}$ oraz $3 \equiv b = 1.24 \,\mu\text{m}$. Wymiary *a* oraz *b* odpowiadają wartości promienia zewnętrznego kapilar struktury *star* R_{out} = 3.85 μm .



Rysunek 5.8 Charakterystyka $SF(\lambda)$ dla struktury jedno- (1P, czarny) dwu- (2P, czerwony) oraz trójpierścieniowej (3P, niebieski). Oprócz występowania kolejnych pików tłumienia przy $\lambda_a = 680$ nm oraz $\lambda_b = 650$ nm, można dość łatwo zaobserwować spadek poziomu tłumienia w miarę przyrostu ilości warstw materiału struktury, co jest zgodne z interpretacją przedstawioną przez Wang i Dinga [150].

5.5. Podsumowanie wyników

W powyższej sekcji zaprezentowane został wpływ modyfikacji struktury włókna typu HCARF na jego właściwości transmisyjne i dyspersyjne. Bazując na strukturze Kagomé,

wejście opisanej jako 7-cell, stworzono jej zmodyfikowaną wersję, opisaną jako star. Modyfikacja polegała na usunięciu niektórych kapilar (a więc i zmniejszeniu całkowitej ilości materiału płaszcza) z bezpośredniego sąsiedztwa rdzenia struktury. Podczas symulacji założono wykonanie struktury z dwóch rożnych materiałów – szkła krzemionkowego (SiO₂) oraz akrylowego (PMMA). Wykazano, że straty struktury star są niższe, szczególnie w paśmie $\lambda \in \langle 700 - 850 \rangle nm - SF_{star} \approx 0.1 \text{ dB/m}$, podczas gdy $SF_{7cell} \approx 0.4 \text{ dB/m}$ (w tym samym paśmie spektralnym). Symulację strat rozszerzono o absorpcję materiału w przypadku struktury wykonanej z PMMA – całkowity poziom strat wzrósł ($L_{PMMA} \approx 0.4$ dB/m, z maksimum w $\lambda = 850$ nm, gdzie $L_{PMMA} \approx 1$ dB/m), jednak wciąż jest to wynik akceptowalny z punktu widzenia transmisji sygnałów optycznych na krótkich odcinkach. Analizę tłumienia struktury typu star dopełniono poprzez przyjrzenie się wpływowi połączeń pomiędzy kapilarami na jej widmo transmisyjne. Wykorzystując model wielowarstwowy, przybliżono kształt struktury star za pomocą prostego włókna cylindrycznego, którego widmo strat, $SF(\lambda)$, ma charakter mocno zbliżony do tego, który uzyskano wcześniej. W końcu, wykazano, że modelowana struktura posiada bardzo dobre własności dyspersyjne w w/w paśmie spektralnym - dla obydwóch materiałów $D(\lambda) \in \langle 1.5, 3.5 \rangle \frac{ps}{nm \times km}$, co jest związane z bardzo wysokim stopniem zawarcia propagującego modu w rdzeniu włókna i jest wynikiem o 2 rzędy lepszym, niż to się ma w przypadku standardowych włókien (tj. o pełnym rdzeniu) wykonanych z PMMA. Powyższe wyniki pokazują wysoką podatność struktur HCARF na proste modyfikacje geometryczne, które w dużym stopniu mogą poprawić ich potencjał transmisyjny. Dodatkowo, właściwości optyczne tego rodzaju włókien są zachowane zarówno dla SiO₂, jak i dla szkła akrylowego PMMA, które ma potencjał, aby stać się przyszłością w technologii światłowodowej. Tego typu struktury dają nadzieję na pełniejsze wykorzystanie potencjału włókien typu mPOF, szczególnie w dosyć niedostępnej dla nich, na chwilę obecną, dziedzinie optyki nieliniowej. Badacze prezentowali już tego typu włókna, jednak z racji bardzo niskiej temperatury topnienia PMMA zakładany kształt struktury był finalnie mocno zaburzony [138, 241]. Technologia i umiejętności specjalistów od wytwarzania włókien polimerowych jednak wciąż postępują, a oprócz tego pojawiają się inne techniki, m.in. druk 3D, za pomocą którego wyprodukowano HCARF transmitujące fale z zakresu częstotliwości THz [242-245].

6. Zastosowanie światłowodów fotonicznych o pustym rdzeniu w układzie czujnika fluorescencji wzbudzanej wielofotonowo

Jak pokazano w rozdziałach 4.4.1 oraz 4.4.2, zastosowanie światłowodów mikrostrukturalnych o pustym rdzeniu w miniaturowych układach czujnikowych stwarza wiele problemów ze względu na ich unikalną budowę, trudności w połączeniu z włóknami konwencjonalnymi czy ograniczone pasma transmisyjne. Z drugiej strony, ich potencjał aplikacyjny jest ogromny i wzbudza duże zainteresowanie wśród badaczy, szczególnie zajmujących się badaniami z zakresu optyki nieliniowej, co związane jest z niską dyspersją tych włókien oraz możliwością przesyłania długości fali niedostępnych dla światłowodów konwencjonalnych.

Wyniki zaprezentowane w poniższym rozdziale pokazują jedną z pierwszych na świecie prób wykorzystania zalet światłowodów HC w połączeniu z klasycznymi włóknami plastikowymi w celu stworzenia kompaktowego czujnika służącego do przeprowadzania eksperymentów z zakresu spektroskopii wielofotonowej. W centrum układu znajduje się włókno HC, które pozwala na transmisja ultrakrótkich impulsów laserowych ($\tau = 160$ fs) z zakresu NIR do celów pobudzenia wielofotonowego próbek fluorescencyjnych z pomijalnie niską wartością dyspersji. Konstrukcja czujnika dała możliwość przetestowania 2 różnych rodzajów włókien HC - komercyjnie dostępnego HCPBF oraz eksperymentalnego SRC-HCARF. Możliwości tego ostatniego włókna są szczególnie obiecujące z punktu widzenia spektroskopii i mikroskopii wielofotonowej - bardzo niska wartość parametru dyspersyjnego $D\left(<5\frac{ps}{nm\times km}\right)$ w zakresie całego spektrum transmisyjnego (680-750 nm), czynią je bardzo dobrze dostosowanym do transmisji sygnałów pozwalających na pobudzenie wielofotonowe fluoroforów biologicznych. Porównanie efektywności pobudzenia fluorescencji dwóch istotnych biologicznie związków – NADH oraz FAD – za pomocą obydwóch wspomnianych wcześniej światłowodów mikrostrukturalnych pokazało, kolejno, 6-cio i 9-cio krotny wzrost całkowitego sygnału emisji na korzyść układu wykorzystującego SRC-HCARF. Przedstawiony układ jest jedną z pierwszych na świecie prób wykorzystania połączenia właściwości światłowodów HCARF oraz standardowych włókien plastikowych w prostej konstrukcji optycznej, zastosowanej do eksperymentów z zakresu spektroskopii wielofotonowej. Zaprezentowane wyniki zostały opublikowane w pracy [8].

6.1. Światłowody mikrostrukturalne o pustym rdzeniu

W trakcie eksperymentu do celu transmisji femtosekundowych impulsów laserowych wykorzystano 2 różne światłowody HC – komercyjne włókno typu HCPBF (HC-800-02, NKT Photonics) oraz włókno SRC-HCARF, wykonane przez grupę z ośrodka FORC (Fiber Optics Research Center, Moskwa, Rosja). Zdjęcia przekrojów poprzecznych obydwóch włókien są zaprezentowane na Rysunku 6.1. Mikrostrukturalny płaszcz światłowodu HC-800-02, będący kryształem fotonicznym o fotonicznej przerwie wzbronionej w paśmie NIR. Jedynym dostępnym parametrem konstrukcyjnym w/w włókna jest średnica jego rdzenia, która wynosi



Rysunek 6.1 Przekroje poprzeczne światłowodów HC ukazujące ich struktury. (**a**) Włókno HC-800-02 od firmy NKT Photonics, o skomplikowanym, mikrostrukturalnym płaszczu tworzącym dwuwymiarową strukturę fotoniczną, oraz (**b**) włókno antyrezonansowe, o prostym płaszczu, składającym się z ośmiu pomniejszych kapilar. Rdzenie obydwóch włókien, będące ich centralną częścią, mają średnice 7.5 μm (**a**) oraz 21 μm (**b**).

7.5 µm. Zgodnie ze specyfikacją optyczną podawaną przez producenta, pasmo transmisyjne HC-800-02 ma szerokość ~100 nm (770-870 nm), przy tłumienności α_{HCPBF} nie przekraczającej 250 dB/km. Parametr dyspersyjny D_{HCPBF} przyjmuje wartości od $-100 \frac{ps}{nm \times km}$ do $200 \frac{ps}{nm \times km}$ na krańcach spektrum; punkt zerowej dyspersji (tj. $D_{HCPBF} = 0 \frac{ps}{nm \times km}$) wypada dla $\lambda = 775$ nm [160]. Płaszcz drugiego z włókien jest przykładem klasycznego SRC-HCARF – składa się ośmiu kapilar otaczających obszar rdzenia; całe włókno jest wykonane w geometrii 'Nodeless' (por. rys. 3.2). Rdzeń tego światłowodu ma średnicę 21 µm, podczas gdy ścianki kapilar mają grubość ok. 828 nm. D_{HCARF} przyjmuje wartości z przedziału $\langle -2.5,5 \rangle \frac{ps}{nm \times km}$, w paśmie spektralnym (680-750) nm. Wszystkie parametry dot. wykorzystanego SRC-HCARF zostały przedstawione w pracy Kolyadina i wsp. [141]. Włókno HC-800-02 było już wykorzystywane do celów mikroskopii wielofotonowej [195, 205], w przeciwieństwie do prezentowanego SRC-HCARF.

6.2. Projekt i wykonanie głowicy czujnika fluorescencji wielofotonowej

Przekrój głowicy czujnika oraz zdjęcie jego czoła są przedstawione na rysunku 6.2. Pomysł tego rodzaju głowicy był już prezentowany wcześniej przez innych badaczy [168, 169], jednak do tej pory nikt jeszcze nie wykorzystał jej do połączenia dwóch tak różnych od siebie rodzajów włókien – konwencjonalnych światłowodów plastikowych oraz światłowodów mikrostrukturalnych o pustym rdzeniu. Przez środek głowicy biegną dwa koncentryczne kanały – pierwszy znajduje się na powierzchni detekcyjnej czujnika (rys. 6.2b) i jest przeznaczony na soczewkę GRIN o średnicy $d_{GRIN} = 1.8$ mm. Drugi wychodzi od strony przeciwległej powierzchni, i jest kanałem prowadzącym światłowód typu HC. Światłowody



Rysunek 6.2 (a) Przekrój głowicy w widoku izometrycznym oraz (b) zdjęcie powierzchni detekcyjnej (czoła) wykonanej głowicy. Środkowy otwór widoczny na (b), otoczony przez cztery światłowody POF służące do zbierania fluorescencji, jest przeznaczony na soczewkę typu GRIN. Światłowody zbierające zostały wklejone w głowicę, a następnie, w celu poprawienia ich zdolności zbierającej, zeszlifowane pod kątem 15° i wypolerowane. Średnica głowicy wyniosła $d_g = 10\pm0.05$ mm.

HC nie były wklejane, dzięki czemu możliwym było przetestowanie HCARF oraz HCPBF w tym samym układzie eksperymentalnym. Dodatkowo, tego rodzaju konstrukcja umożliwia zastosowanie praktycznie dowolnego rodzaju włókna do celów pobudzenia próbki, czyniąc ją wysoce elastycznym i łatwym do dostosowania do potrzeb eksperymentalnych rozwiązaniem. Całą głowicę również wykonano z PMMA, dopasowując się w ten sposób do materiału samego światłowodu i ułatwiając jego szlifowanie i polerowanie. Średnica głowicy wyniosła $d_g = 10$ mm, czyniąc ją rozwiązaniem dość kompaktowym i dostosowanym do używania w miejscach o ograniczonej dostępności. Różnica w koncentryczności w/w otworów, wynosząca 20 μ m i wynikająca z dokładności obrabiarek, nie miała dużego wpływu na przesunięcie punktu ogniska soczewki GRIN ze względu na jej średnicę. Centralny otwór był

otoczony przez 4 mniejsze otwory, w które wklejone zostały światłowody typu POF o średnicy zewnętrznej $d_{POF} = 1 \text{ mm}$ (GH-4001 EskaTM, Mitsubishi Rayon). Tworzyły one swego rodzaju pierścień, którego zadaniem było zbieranie sygnału fluorescencji pobudzonej wielofotonowo. Biorąc pod uwagę wysoką aperturę numeryczną ($NA_{POF} = 0.5$) oraz średnicę rdzenia ($d_{C_POF} =$ 980 µm) tych włókien, stanowią one dobry wybór do realizacji w/w zadania. Wykorzystanie jedynie czterech światłowodów było spowodowane dużą sztywnością włókien POF oraz ograniczeniami związanymi z samą konstrukcją i wykonaniem głowicy czujnika, jednak przyjęto, że wysokie wartości NA_{POF} oraz d_{R_POF} przynajmniej częściowo zniwelują spadek wydajności zbierania fluorescencji.

Największy wpływ na samą konstrukcję miała wspomniana wcześniej soczewka GRIN, której średnica powodowała przesunięcie osi optycznych włókien POF oraz soczewki GRIN o 1.5 mm, przez co bazowa wartość apertury POF była zbyt mała, aby pokryć punkt ogniska GRIN, gdzie wzbudzana była fluorescencja. W związku z tym, zdecydowano się na kątowe zeszlifowanie czół światłowodów POF, dzięki czemu zwiększono kąt apertury *NA*_{POF} w kierunku ogniska (rys. 6.3). Wykorzystując prawo Snella, można wyznaczyć zależność pomiędzy kątem apertury włókna i kątem zeszlifowania czoła światłowodu zbierającego przez



Rysunek 6.3 Schematyczna reprezentacja zdolności zbierającej przygotowanego czujnika. W przypadku (a) maksymalny kąt zbierania sygnału – β (zielona przerywana linia) – nie pokrywa punktu ogniska soczewki GRIN, uniemożliwiając zebranie sygnału fluorescencji. (b) Sytuacja po zeszlifowaniu czoła POF. Kąt β' jest powiększonym kątem β z (a), zgodnie ze wzorem (6.1). Powoduje to pokrycie punktu ogniska GRIN, umożliwiając detekcję fluorescencji. W obu przypadkach, $\alpha = 19.61^{\circ}$ i odpowiada maksymalnemu kątowi załamania padającej wiązki na granicy powietrze-rdzeń POF, t = 1.5 mm i jest odległością pomiędzy osiami optycznymi soczewki GRIN oraz włókien POF a $W_D = 1.449$ mm i oznacza odległość pomiędzy płaszczyzną ogniskową a czołem GRIN.

następujący wzór [246]:

$$\beta' = \arcsin(n_{col} \times \sin(\alpha + \gamma)) - \gamma, \tag{6.1}$$

gdzie β' to kąt nachylenia ramienia stożka akceptacji światłowodu POF po zeszlifowaniu go pod kątem γ , n_{col} to współczynnik załamania rdzenia włókna POF, a α to maksymalny kąt załamania wiązki na granicy powietrze – rdzeń, w stosunku do głównej osi optycznej włókna (w przypadku zastosowanego włókna plastikowego $\alpha \approx 19.61^{\circ}$). Z powyższego równania można wywnioskować, że kąt β' jest proporcjonalny do γ , w związku z czym można zwiększyć aperturę włókna odpowiedzialnego za zbieranie sygnału fluorescencji. Jednocześnie należy pamiętać, że $\gamma_{max} \leq \alpha - w$ przeciwnym wypadku sygnał fluorescencji będzie ulegać silnemu odbiciu od powierzchni włókna zbierającego. W rezultacie, końcówki światłowodów zostały zeszlifowane i wypolerowane pod kątem 15°, co spowodowało zwiększenie NA_{POF} oraz β do, kolejno, 0.68 i 42.8° (pierwotnie 0.5 oraz 30°). Powiększając w ten sposób aperturę POF od strony ogniska udało się pokryć punkt ogniska soczewki GRIN, dzięki czemu możliwym stała się detekcja fluorescencji.

6.3. Układ optyczny do pomiarów fluorescencji wzbudzanej wielofotonowo oraz funkcji autokorelacji ultrakrótkich impulsów laserowych

Schematyczny rysunek układu pomiarowego jest zaprezentowany na rysunku 6.4. Źródłem światła był przestrajalny laser Ti:Sa (Chameleon Ultra II, Coherent), emitujący wiązkę impulsową o długości fali z zakresu 690-1040 nm, czasie trwania $\tau \approx 160$ fs oraz częstotliwości repetycji f = 80 MHz. W celu wprowadzenia wiązki do włókien HC wykorzystano obiektyw mikroskopowy (10X, NA = 0.24) oraz stolik precyzyjny XYZ (MBT616D, Thorlabs). Wydajność sprzężenia wyniosła ok. 70% dla obydwóch włókien, pozwalając na uzyskanie na wyjściu światłowodu mocy $P_{out} = 70$ mW, którą wykorzystano podczas eksperymentów. Każde z włókien HC miało długość ok. 1.5 m, i każde z nich zostało wykorzystane do transmisji impulsów o długości fali dla niego dedykowanej – $\lambda_{HCARF} = 730$ nm oraz $\lambda_{HCPBF} = 780$ nm. Włókna HC zostały wprowadzone do środkowego otworu głowicy pomiarowej, a następnie odpowiednio spozycjonowane względem soczewki GRIN, tj. tak, aby uzyskać punktowe skupienie wiązki pobudzającej. Końcówki włókien POF skierowane na spektrometr zostały wklejone do wspólnej mosiężnej tulejki, którą umieszczono przed szczeliną spektrometru USB (USB2000, OceanOptics). Sygnał fluorescencji był dodatkowo skupiany za pomocą obiektywu



Rysunek 6.4 Schemat układu optycznego do pomiarów fluorescencji oraz funkcji autokorelacji. Podczas pomiarów ACF impulsów wiązki fundamentalnej lasera, soczewka typu GRIN została umieszczona bezpośrednio za obiektywem mikroskopowym 10X w celu powtórnego skolimowania wiązki laserowej, a następnie skierowana bezpośrednio w kierunku apertury autokorelatora. L1 oraz L2 to zwierciadła srebrne (PF10-03-P01, Thorlabs), F1 – filtr emisyjny. Zwierciadło L2 było wykorzystywane w przypadku pomiarów funkcji autokorelacji impulsów pobudzających.

mikroskopowego (8X, NA = 0.2), dzięki czemu możliwym było zastosowanie dodatkowych filtrów (FESH700, Thorlabs) w celu wyeliminowania odbitego wstecznie sygnału laserowego, oraz zniwelowanie problemu wysokiej rozbieżności pomiędzy aperturą spektrometru (NA_{spekt} . = 0.22) i włókien POF ($NA_{POF} = 0.5$). Kuweta kwarcowa z badanymi roztworami została umieszczona przed czołem głowicy czujnika. W przypadku pomiarów funkcji autokorelacji impulsów laserowych propagujących w światłowodach HC, kuweta była usuwana, a wiązka wyjściowa danego włókna HC kolimowana za pomocą tej samej soczewki GRIN i kierowana na aperturę autokorelatora (pulseCheck, A.P.E.). Zarówno spektrometr, jak i sam autokorelator, były sterowane poprzez dedykowane oprogramowanie komputerowe.

6.4. Pomiary fluorescencji

Sproszkowane NADH oraz FAD (Sigma-Aldrich) zostały rozpuszczone w 0.01 M NaOH oraz wodzie, zgodnie z zaleceniami producenta. Ich wysokie stężenia, wynoszące ok. 10⁻³ M, pozwoliły skompensować bardzo niskie wartości przekrojów czynnych na absorpcję dwufotonową tych związków [48], które z kolei powodują bardzo niską wydajność ich fluorescencji wzbudzanej dwufotonowo. Dodatkowo, aby sprawdzić potencjalny wpływ dużych ilości rozproszonego wstecznie promieniowania pobudzającego na zbierane spektra

emisyjne badanych związków, takich jak dodatkowe piki emisyjne czy przesunięcia spektralne, przygotowano dwie próbki kontrolne – fluoresceinę ($C_{fluo} = 10^{-5}$ M) oraz zawiesinę krzemionki koloidalnej, które posłużyły do sprawdzenia występowania w/w efektów.

6.5. Wpływ dyspersji na propagację ultrakrótkich impulsów laserowych w mikrostrukturalnych światłowodach fotonicznych o pustym rdzeniu

Tak jak wspomniano wcześniej, eksperyment przeprowadzono dla dwóch długości fali optymalnych (tj. wykazujących możliwie najniższe tłumienie oraz parametr dyspersyjny D) dla użytych włókien fotonicznych – 730 nm (HCARF) oraz 780 nm (HCPBF). Decyzja ta została podjęta na bazie faktu, iż 780 nm oraz większe długości fali są powszechnie wykorzystywane w badaniach z zakresu mikroskopii i spektroskopii wielofotonowej próbek biologicznych, pozwalając na uzyskiwanie bardzo dobrej jakości obrazów komórkowych [195, 212, 247-249], i mogą być traktowane jako uznany standard dla tych technik. Z równania (2.3) łatwo wywnioskować, że zarówno τ_p , jak i λ mają wpływ na wartość n_{TPA} , a więc i na końcową wydajność fluorescencji. Można więc oczekiwać, że zastosowanie światłowodu, który pozwalałby zarówno na bezdyspersyjną transmisję krótszych długości fali, optymalnych z punktu widzenia $\delta(\lambda)$ badanej próbki, pozwoliłoby na wydajniejsze pobudzenie fluorescencji, niż ma to miejsce w przypadku światłowodów oferujących jedynie jeden z tych parametrów niskie wartości dyspersji lub szerokie widmo transmisyjne, pokrywające odpowiednie dla pobudzenia próbki długości fali. Profile czasowe ultrakrótkich impulsów laserowych są przeważnie aproksymowane za pomocą jednej z trzech funkcji: gaussowskiej, sech² lub lorentzowskiej [250]. W przypadku prezentowanych wyników wybrano kształt gaussowski z racji na najmniejszą wartość błędu dopasowania RMSE (ang. Root Mean Square Error), która wyniosła $RMSE \approx 5 \times 10^{-3}$. W związku z tym, szerokość połówkowa poszczególnych impulsów jest szerokością połówkową ich funkcji dopasowania podzieloną przez $\sqrt{2}$ [250]. Uzyskane wyniki (rys. 6.5) pokazują, że zarówno w przypadku włókna HCPBF, jak i włókna HCARF, efekty dyspersyjne były minimalne - całkowite poszerzenie wyniosło ok. 1 fs dla każdego z włókien (ze 161±1 fs dla impulsu bazowego do 162±1 fs dla HCPBF oraz HCARF). Jak już jednak wspomniano wcześniej, w przypadku włókna HCPBF wartości jego parametru dyspersyjnego D gwałtownie rosną dla długości fali poniżej 775 nm, osiągając -100 $\frac{ps}{nm \times km}$ już przy $\lambda = 760$ nm [160]. Nachylenie krzywej opisującej $D(\lambda)$ dla tego światłowodu w tym przedziale spektralnym wynosi $\frac{dD_{HCPBF}(\lambda)}{d\lambda} \approx 7 \frac{ps}{nm^2 \times km}$, będąc 2 rzędy wielkości większym, niż w przypadku włókna HCARF ($\frac{dD_{HCARF}(\lambda)}{d\lambda} \approx 0.01 \frac{ps}{nm^2 \times km}$ [141]). Dodatkowo, tak jak wspomniano wcześniej, pasmo transmisyjne HCARF rozciąga się od 680 do ok. 750 nm, pozwalając na wykorzystanie długości fali silniej absorbowanych w procesach dwufotonowych przez badane próbki, i czyniąc to włókno atrakcyjniejszym z punktu widzenia spektroskopii wielofotonowej. Warto też zaznaczyć fakt, że tak niska wartość nachylenia krzywej $D(\lambda)_{HCARF}$ pozwala na uniknięcie wystąpienia dyspersji wyższych rzędów [251], a więc i pominięcie układów optycznych ją kompensujących, co znacznie dodatkowo upraszcza układ optyczny.



Rysunek 6.5 Funkcje autokorelacji impulsów laserowych propagujących w światlowodzie typu HCPBF (HCPBF, zielony), HCARF (HCARF, niebieski) oraz w wolnej przestrzeni (Laser, czerwony). Mały wykres, umieszczony w prawym górnym rogu, przedstawia znormalizowane przebiegi z autokorelatora, podczas gdy wykres centralny pokazuje dopasowane do nich funkcje gaussowskie. Natężenie sygnału *I* jest przedstawione w jednostkach znormalizowanych względem maksimum każdego z sygnałów. W lewym górnym rogu podane są wartości szerokości połówkowej impulsów, która jest również zaznaczona na wykresie centralnym (czarne strzałki z literą τ). Przebiegi z autokorelatora oraz ich gaussowskie dopasowania zostały przedstawione na oddzielnych wykresach w celu poprawienia czytelności.

6.6. Emisja fluorescencyjna fluoroforów endogennych pobudzanych na drodze zjawiska absorpcji dwufotonowej za pomocą światłowodów HCPBF oraz HCARF

Zgodnie z opisem z sekcji 6.3, ze względu na równoległość płaszczyzn pobudzenia oraz detekcji fluorescencji, widmo emisyjne badanych związków było mocno 'zanieczyszczone' odbitą od ścianek kuwety wiązką pobudzającą. Mimo to, nie zaobserwowano niepożądanych efektów, takich jak nasycenie matrycy CCD spektrometru, a potwierdzenie poprawności zbieranych widm uzyskano pobudzając roztwór fluoresceiny (rys. 6.6), której maksimum



Rysunek 6.6 Widmo emisyjne fluoresceiny ($C_{fluo} = 10^{-5}$ M) pobudzonej sygnałem o długości fali $\lambda = 730$ nm. Wyraźnie widoczny jest pik w okolicach 730 nm, pochodzący od odbitego od szklanej ścianki kuwety sygnału lasera Ti:Sa. Sygnał został uprzednio odfiltrowany poprzez użycie odpowiedniego filtra dolnoprzepustowego, przez co, pomimo znacznej mocy pobudzającej ($P_{avg} = 70$ mW), nie miało miejsca nasycenie detektora spektrometru. Wykres wewnętrzny wskazuje na pik emisyjny pobudzonej fluoresceiny.

emisyjne zaobserwowano przy 520.1 nm, co jest zgodne z wynikami uzyskanymi przez innych badaczy [252]. Widma emisyjne wspomnianych wcześniej fluoroforów endogennych, FAD oraz NADH, są zaprezentowane na rysunku 6.7. Wysokie stężenie roztworów NADH oraz FAD $(C_{NADH} = C_{FAD} = 10^{-3} \text{ M})$ przyczyniło się do dosyć istotnego przesunięcia spektralnego widm emisyjnych obydwóch związków - obserwowane maksima fluorescencji uległy przesunięciu o 25 nm (z 460 nm do 485 nm) w przypadku NADH oraz 10 nm (z 525 nm do 535 nm) w przypadku FAD, a same widma są nieco zniekształcone w porównaniu do ich odpowiedników z literatury [22]. Konieczność wykorzystania tak wysokich stężeń była spowodowana bardzo niskimi wartościami δ_{2P} w/w związków, szczególnie dla $\lambda = 780$ nm (kolejno 0.005 GM i 0.04 GM dla NADH i FAD), które uniemożliwiły detekcję ich fluorescencji przy niższych stężeniach za pomocą wykonanego czujnika, pokazując konieczność dopracowania jego konstrukcji pod kątem wydajności zbierania sygnału. Mimo to, porównując widma emisyjne obydwóch związków pobudzonych za pomocą długości fali 730 nm i 780 nm, które odpowiadały światłowodom HCARF oraz HCPBF, można zaobserwować ok. 6-cio- (FAD) oraz 9-ciokrotny (NADH) wzrost natężenia fluorescencji na korzyść układu wykorzystującego HCARF. Wzrost wartości δ_{2P} przy $\lambda = 730$ nm (0.035 GM oraz 0.085 GM dla NADH i FAD), jak również możliwość niskostratnej i bezdyspersyjnej transmisji impulsów laserowych za pomocą włókna HCARF, pozwoliły na znaczną poprawę wydajności pobudzenia badanych związków. Wyniki te pokazują, że światłowody o bardzo



Rysunek 6.7 Widma emisyjne (a) NADH oraz (b) FAD, pobudzonych za pomocą dwóch różnych długości fali, transmitowanych przez odpowiadające im światłowody HCPBF (zielony) oraz HCARF (czerwony). Widocznie obserwowalny jest wzrost całkowitego natężenia sygnału w przypadku wykorzystania włókna HCARF, co wiąże się z wyższą absorpcją fotonów o długości fali $\lambda = 730$ nm przez badane związki.

dobrych parametrach dyspersyjnych i paśmie transmisyjnym dostosowanym do efektywnego pobudzenia badanych fluoroforów mogą się bardzo dobrze sprawdzić w światłowodowych czujnikach do zastosowań chemicznych czy biologicznych, wykorzystujących metody optyki nieliniowej.

6.7. Podsumowanie wyników

W powyższej sekcji zaprezentowano wykorzystanie światłowodu antyrezonansowego, o ujemnej krzywiźnie rdzenia (HCARF), w układzie prostego, światłowodowego czujnika fluorescencji wzbudzanej dwufotonowo. Porównano powyższe włókno pod kątem możliwości bezdyspersyjnej transmisji ultrakrótkich impulsów laserowych z komercyjnym rozwiązaniem w postaci HCPBF. Obydwa światłowody miały minimalny wpływ na całkowite czasowe poszerzenie transmitowanych impulsów - całkowite poszerzenie w obydwóch przypadkach wyniosło ok. 1 fs. Mimo to, rozważając wykorzystanie powyższych włókien do celów pobudzenia NADH oraz FAD - endogennych fluoroforów znajdujących szerokie zastosowanie w spektroskopii i mikroskopii wielofotonowej – włókno HCARF wykazuje przewagę nad jego komercyjnym odpowiednikiem, związaną po pierwsze z jego pasmem transmisyjnym przesuniętym w kierunku długości fali lepiej absorbowanych przez w/w związki - 680-750 nm. Dodatkowo, wartość współczynnika D tego włókna nie przekracza 5 ps/nm × km w całym jego paśmie, przy nachyleniu krzywej $D(\lambda)$ wynoszącym 0.01 ps/nm² × km, dzięki czemu bardzo dobrze nadaje się ono do pełnego wykorzystania potencjału przestrajalnych oscylatorów femtosekundowych, powszechnie wykorzystywanych w eksperymentach z zakresu optyki nieliniowej. Zaprezentowany układ czujnika wciąż wymaga doskonalenia, szczególnie pod kątem jego wydajności detekcji sygnału fluorescencji. Średnica wykorzystanej soczewki typu

GRIN ($d_{GRIN} = 1.8$ mm) powoduje powstanie dużej przerwy pomiędzy światłowodami zbierającymi, której negatywnego wpływu na całkowitą wydajność czujnika nie są w stanie zniwelować dobre parametry włókien POF (rdzeń o średnicy ~ 1 mm oraz $NA_{POF} = 0.5$), poprawione przez dodatkowe szlifowanie ich końcówek w celu poprawienia ich zdolności zbierającej. Zastosowanie soczewki o mniejszej średnicy, takiej jak np. w pracach Kasztelanica [253] czy Choia [254] pozwoliłoby na redukcję rozmiarów głowicy, czyniąc je bardziej kompaktowym, jak również i pozwoliłoby na zwiększenie wydajności zbierania sygnału TPEF. Mimo to, cały układ jest bardzo prosty i podatny na wszelkie modyfikacje, dzięki czemu można uważać, że ma potencjał, aby stać się ciekawą alternatywą dla innych stosowanych obecnie, skomplikowanych układów czujnikowych wykorzystujących światłowody.

7. Czujnik fluorescencji wielofotonowej oparty o pojedynczy światłowód antyrezonansowy o pustym rdzeniu

Spektroskopia oraz mikroskopia wielofotonowa są potężnymi metodami analitycznymi, pozwalającymi na obejście ograniczeń standardowej, jednofotonowej spektroskopii fluorescencyjnej, takich jak niska selektywność pobudzenia, fototoksyczność czy niska głębokość penetracji badanej próbki. Sprzężenie tej metody z układami światłowodowymi jest jednak wymagającym zadaniem nie tylko ze względu na występowanie wspomnianego wcześniej zjawiska dyspersji, ale również i duże antystokesowskie przesunięcie widma absorpcji i emisji badanych próbek, nierzadko przekraczające 200 nm. Powoduje to konieczność stosowania różnych włókien światłowodowych do celów pobudzenia, jak i detekcji sygnału fluorescencji ze względu na ograniczone pasmo transmisyjne HCPBF. HCARF, ze względu na fakt posiadania kilku pasm transmisyjnych, potencjalnie mogłyby pozwolić na obejście tego ograniczenia i wykonanie czujnika w postaci pojedynczego włókna optycznego, który pozwalałby zarówno na transmisję ultrakrótkich sygnałów laserowych do celów pobudzenia próbki, jak i detekcję jej odpowiedzi fluorescencyjnej. Ponieważ HCARF jest włóknem o pustym rdzeniu, dlatego można również oczekiwać niskiego poszerzenia dyspersyjnego przesyłanych impulsów pobudzających.

Propozycja takiego czujnika, zaprezentowana poniżej, jest jedną z pierwszych tego typu prób na świecie. Włókno antyrezonansowe, będące kluczowym elementem całego układu, posiada 3 pasma obniżonego tłumienia w widzialnym zakresie spektrum ((414-423), (510-552) oraz (680-784) nm), umożliwiając tym samym transmisję sygnałów laserowych o długości fali 730 nm oraz czasie trwania 160 fs, jak również i detekcję sygnału fluorescencji dwóch próbek – fluoresceiny oraz dinukleotydu flawinoadeninowego (FAD). W celu zwiększenia wydajności zjawiska TPA, końcówka HCARF została dodatkowo wyposażona w mikrosoczewkę światłowodową, wytworzoną na końcu odcinka konwencjonalnego włókna wielomodowego (MM) o długości 2 cm. Całkowite poszerzenie czasowe propagującego w układzie impulsu pobudzającego wyniosło jedynie (7±1) fs. Prezentowany czujnik łączy w sobie prostotę, minimalne rozmiary oraz dobre własności optyczne, przez co może być rozpatrywany jako ciekawe rozwiązanie do eksperymentów wykorzystujących optyczne metody nieliniowe, szczególnie w biologii czy medycynie, gdzie kwestia rozmiarów tego typu sond badawczych jest szczególnie istotna. Poniższe wyniki zostały opublikowane w pracy [9].

7.1. Transmisja światłowodu antyrezonansowego o pustym rdzeniu w widzialnym obszarze widma

Zdjęcie struktury wykorzystanego światłowodu HCARF, jak również i układ do pomiarów jego transmisji, są zaprezentowane na rysunku 7.1. Światłowód ma dobrze znaną strukturę typu 'Nodeless', składającą się z pojedynczego rzędu szklanych kapilar otaczających obszar pustego rdzenia, bardzo podobną do tej zaprezentowanej w [8]. Średnica rdzenia oraz grubość ścianek kapilar, mające kluczowe znaczenie dla propagacji światła w tego typu światłowodach, wyniosły kolejno 21 oraz 1.5 µm. Transmisję tego światłowodu zmierzono poprzez sprzężenie z szerokopasmowego źródła sygnału światła białego (AQ 4305, Yokogawa) do jednomodowego pigtaila o długości 50 cm (SMF-28, Corning), a następnie do wykorzystanego HCARF. Metoda została zapożyczona z pracy Yu i wsp. [114]. Dzięki niskiej aperturze światłowodu SM, jak również i znacznie mniejszemu rozmiarowi jego rdzenia (ok. 8.5 µm) w stosunku do włókna HCARF, uniknięto ryzyka pobudzenia modów płaszczowych i/lub kapilarowych badanego włókna. Końcówka HCARF została dodatkowo zobrazowana pod mikroskopem, dzięki czemu udało się zaobserwować rozkład jego pola modowego w polu bliskim, i potwierdzić fakt propagacji sygnału widzialnego wewnątrz jego rdzenia. Pomiar



Rysunek 7.1. Schemat układu do pomiarów widma transmisji światłowodu HCARF. Końcówki światłowodów MM, SM oraz HCARF były ustabilizowane na stolikach pozycjonujących typu XYZ (MBT616D/M, Thorlabs). Struktura HCARF została zobrazowana za pomocą mikroskopu świetlnego wyposażonego w kamerę CMOS.

transmisji został wykonany poprzez sprzężenie sygnału wyjściowego HCARF do włókna MM (typ OM3), którego koniec został podłączony do spektrometru (USB2000, OceanOptics).

Zaprezentowana metoda pozwoliła ocenić wielkość strat wtrąceniowych (IL, ang. *Insertion Loss*) wprowadzonych przez włókno HCARF, a jednocześnie była alternatywą wobec standardowej metody cut-back, wykorzystywanej do oceny tłumienia światłowodów, której w przypadku tego eksperymentu nie można było zastosować ze względu na niewielką długość badanego włókna (~1.5 m).

7.2. Mikrosoczewka na końcu światłowodu wielomodowego – koncepcja i wykonanie

Odpowiednie skupienie wyjściowej wiązki laserowej jest istotnym czynnikiem dla wydajności absorpcji wielofotonowej [16]. Standardowo robi się to poprzez zastosowanie odpowiednich obiektywów mikroskopowych o wysokich aperturach, jednak w przypadku prezentowanego eksperymentu takie podejście było nieakceptowalne ze względu na rozmiar tego typu elementów optycznych. Aby zachować pierwotne założenia eksperymentu dotyczące wykonania czujnika o rozmiarze pojedynczego włókna optycznego, postanowiono HCARF połączyć z mikrosoczewką wykonaną na końcu włókna MM. Koncepcja oraz analiza tego typu soczewek zostały zaprezentowane wiele lat temu [255], jednak do tej pory nie udało się dobrze opanować aspektu łączenia tego typu elementów ze światłowodami mikrostrukturalnymi, szczególnie o pustym rdzeniu. Na chwilę obecną kilka grup pokazało pomysł na połączenie i wykonanie MOF zakończonych mikrosoczewkami, m.in. poprzez bezpośrednie kształtowanie końcówek tych włókien za pomocą spawarek łukowych i/lub lasera femtosekundowego [256, 257], czy też umieszczając w rdzeniu HCARF mikrosferę, a następnie spawając ją do rdzenia za pomocą lasera CO₂ [218, 222]. Podejście zaprezentowane w pracy Kasztelanica i wsp. [253], oparte o soczewki typu GRIN, jest również bardzo interesujące, pomimo nie zastosowania go bezpośrednio do światłowodów mikrostrukturalnych. Większość powyższych podejść wymaga jednak specjalistycznych urządzeń, takich jak spawarki oparte o lasery CO₂, czy też lasery femtosekundowe, lub dobrze opanowanej technologii spawania i kształtowania światłowodów mikrostrukturalnych. Dużym problemem jest zapadanie się mikrostruktury płaszcza MOF, co zostało już zauważone przez innych badaczy zajmujących się HCPBF [258-261]. Niestety, jak do tej pory, nie zaprezentowano procedury spawania HCARF, która pozwalałaby na uzyskiwanie wytrzymałych mechanicznie połączeń o niskich tłumieniach. Dobranie odpowiednich parametrów spawania HCARF wymagałoby przeprowadzenia znacznej ilości prób, a co za tym idzie, zużycia znaczącej długości samego włókna. Z racji na wspomnianą wcześniej ograniczoną długość wykorzystanej w tym eksperymencie próbki HCARF, zdecydowano się pominąć procedurę spawania, i zamiast tego ustawić włókno HCARF oraz krótki kawałek włókna MM zakończonego soczewką światłowodową na stoliku XYZ, dzięki czemu możliwym była lepsza kontrola profilu wiązki wyjściowej włókna z mikrosoczewka, co było istotnym czynnikiem w trakcie tego eksperymentu i zostało dodatkowo opisane w dalszej części tego rozdziału. Idea mikrosoczewki bazuje na pracy przedstawionej przez Kima i wsp. [262], którzy połączyli włókno jednomodowe z tzw. włóknem bezrdzeniowym (tj. szklanym włóknem bez wyodrębnionych obszarów o różnych współczynnikach załamania), na którego końcu wykonali półsferyczną soczewkę polimerową. Rozwiązanie to jednak jest dość skomplikowane technologicznie, ponieważ wg autorów powyższej pracy długość dospawanego odcinka włókna bezrdzeniowego nie powinna przekroczyć 700 µm, a sama soczewka na jego końcu powstała poprzez zdeponowanie kropli polimeru utwardzanego za pomocą promieniowania UV, co z kolei wymaga precyzyjnego układu pozycjonującego. Zamiast tego, zdecydowano się na wykorzystanie konwencjonalnego światłowodu MM (FG025LJA, Thorlabs) będącego jedynym komercyjnie dostępnym włóknem o średnicy rdzenia i aperturze numerycznej ($d_{MM} = 25 \mu m$ oraz $NA_{MM} = 0.1$) zbliżonych do średnicy rdzenia oraz apertury numerycznej włókna HCARF ($d_{HCARF} = 21 \,\mu\text{m}$ oraz $NA_{HCARF} = 0.04$). Zgodność apertur oraz rozmiarów rdzenia obydwóch powyższych włókien pozwoliła na efektywne sprzęganie sygnałów optycznych w obydwóch kierunkach transmisji. Końcówka włókna MM została poddana bezpośredniemu kształtowaniu za pomocą spawarki łukowej (FSU975, Ericsson). Użyto programu przeznaczonego pierwotnie do przewężania włókien, którego parametry są zaprezentowane w tabeli 7.1. Końcówka włókna MM została dodatkowo odsunięta o 250 µm

Tabela 7.1. Parametry programu spawarki służącego do wytwarzania mikrosoczewki na końcu światłowodu MM. Procedura była przeprowadzana w trybie manualnym, co oznacza, że pozycjonowanie końcówki światłowodu przed każdą z prób było dokonywane przez użytkownika spawarki, za pomocą jej panelu sterowania.

Nazwa parametru (jednostka)	Wartość
Czas prespawu (s)	0.2
Prąd prespawu (mA)	10
Czas spawania 1 t_{F1} (s)	2
Prąd spawania 1 I_{F1} (mA)	20
Czas spawania 2 t_{F2} (s)	1
Prąd spawania 2 I_{F2} (mA)	20
Czas spawania 3 t_{F3} (s)	1
Prąd spawania 3 IF3 (mA)	20

od osi powstawania łuku elektrycznego, co pozwoliło na ukształtowanie soczewki o niewielkim promieniu krzywizny, a więc i dużej zdolności skupiającej¹² [263]. Kawałek włókna MM z przygotowaną soczewką został ucięty za pomocą obcinarki światłowodowej (FC-6S,

¹² Zdolność skupiająca soczewki jest odwrotnie proporcjonalna do jej ogniskowej, a więc i promienia krzywizny [263].

Sumitomo), tworząc ostatecznie końcówkę światłowodową z mikrosoczewką (KSM), wykorzystaną w dalszej części eksperymentu. Długość tak przygotowanej KSM wynosiła $l_{KSM} \approx 2$ cm.

7.3. Pomiary fluorescencji wielofotonowej, funkcji autokorelacji impulsów laserowych oraz parametrów optycznych KSM

Dla możliwie pełnej charakteryzacji proponowanego układu czujnikowego do zastosowań w nieliniowej spektroskopii fluorescencyjnej, należało zbadać zarówno właściwości optyczne KSM (ogniskowa czołowa (tj. odległość punktu ogniska od czoła samej soczewki), dywergencja wiązki, rozmiar plamki w punkcie ogniska), jak i poszerzenie czasowe impulsu pobudzającego w układzie światłowodowym. Pomiarów tych, jak również i samego pomiaru fluorescencji wielofotonowej, dokonano w układzie zaprezentowanym na rysunku 7.2.



Rysunek 7.2. Schemat układu optycznego do pomiarów fluorescencji wielofotonowej, parametrów optycznych końcówki światłowodowej z mikrosoczewką (KSM) oraz czasu trwania impulsu laserowego w układzie czujnika światłowodowego. Elementem na wyjściu czujnika był profilomierz/kamera CMOS/autokorelator/bloczek na próbki fluorescencyjne, w zależności od prowadzonych w danej chwili pomiarów. Włókno zbierające (WZ) służyło do przesłania sygnału fluorescencji, zebranego wcześniej za pomocą czujnika HCARF+KSM, do spektrometru. Zwierciadło dichroiczne (Z1) było elementem rozdzielającym sygnał fluorescencyjny i wstecznie rozproszone promieniowanie lasera.

Źródłem światła był laser Ti:Sa (Mira-HP, Coherent), generujący impulsy świetlne o połówkowym czasie trwania $\tau_{laser} = 160$ fs i długości fali $\lambda_{laser} = 730$ nm, przy częstotliwości repetycji $f_{rep} = 80$ MHz. Wiązka laserowa była kierowana w stronę obiektywu mikroskopowego 10X o aperturze $NA_{MO} = 0.24$ za pomocą zwierciadła dichroicznego (650dcspxr, Chroma). Wspomniany obiektyw, umieszczony na stoliku mikrometrycznym (MBT616D/M, Thorlabs), służył do sprzężenia źródła ze światłowodem HCARF. Wydajność sprzężenia wyniosła ok. 60%, a średnia moc na wyjściu światłowodu wynosiła $P_{avg} = 60$ mW dla każdego z eksperymentów (o ile nie podano inaczej). Tak jak wspomniano wcześniej, układ optyczny w przypadku tej części eksperymentu był wspólny, a urządzenia pomiarowe i próbki były wymiennie umieszczane w miejscu oznaczonym na rys. 7.2 jako 'Element na wyjściu czujnika'. Do pomiarów parametrów optycznych KSM wykorzystano profilomierz wiązek laserowych (BP209-VIS, Thorlabs) oraz kamerę CMOS (HDCE-X5, Carton Optical Instruments), zamontowane na stolikach mikrometrycznych w celu kontroli położenia badanej wiązki. Czas trwania impulsów femtosekundowych mierzono za pomocą autokorelatora (pulseCheck, APE), podczas gdy próbki cieczy fluorescencyjnych umieszczono w kuwecie pomiarowej, wykonanej poprzez wybranie V-rowka o głębokości 0.5 mm w bloczku aluminiowym oraz przyklejenie na jego czole szkiełka nakrywkowego o grubości 0.1 mm, które oddzielało mikrosoczewkę od samej cieczy. Szczegóły każdego z w/w pomiarów są przedstawione w kolejnych sekcjach tej pracy.

7.4. Parametry optyczne mikrosoczewki światłowodowej

Tak jak wspomniano wcześniej, całkowita długość KSM wynosiła ok. 2 cm. Sprzężenie sygnału propagującego w światłowodzie HCARF do tak krótkiego odcinka światłowodu MM jest wyjątkowo czułe na geometrię sprzężenia, tj. względne położenie rdzeni obydwóch światłowodów, i może skutkować bardzo podobnymi mocami optycznymi na wyjściu KSM przy zupełnie różnych rozkładach pola modowego, co z kolei sugeruje przenoszenie energii fali EM przez różne mody, i może wpływać na wartość dywergencji wiązki wyjściowej. W związku z tym, aby poprawnie ocenić parametry optyczne wykonanej mikrosoczewki, oraz lepiej uzasadnić samo jej wykonanie, porównano profile wiązek wyjściowych w polu dalekim dla samego włókna HCARF, włókna HCARF sprzężonego z KSM, oraz włókna HCARF sprzeżonego z kawałkiem włókna MM bez mikrosoczewki. Pomiaru tego dokonano za pomoca wspomnianego wcześniej profilomierza, a sam profil wiązki został określony za pomocą dedykowanego oprogramowania (ThorlabsBeam, Thorlabs). Odległość pomiedzy profilomierzem a badanym układem światłowodowym wynosiła 10 mm, a sam profilomierz był dodatkowo umieszczony na stoliku precyzyjnym o pojedynczej osi przesuwu, pozwalając na skanowanie danej wiązki wzdłuż jej głównej osi optycznej i ocenę jej dywergencji. Poprzez obserwację profili wiązek wyjściowych KSM oraz włókna MM bez mikrosoczewki, możliwym było ustalenie podobnych warunków pobudzenia ich rdzeni, które skutkowały zbliżonymi wartościami mocy wyjściowych oraz profilami wiązek. Skupienie wiązki laserowej przez KMS zostało dodatkowo potwierdzone przez pomiar jej ogniskowej czołowej oraz rozmiar plamki w punkcie jej ogniska. Do tego celu profilomierz został zastąpiony przez kamerę z matrycą

CMOS, wyposażoną w obiektyw mikroskopowy 20X, umieszczoną na stoliku mikrometrycznym XYZ [253]. Wiązka wyjściowa KSM została przeskanowana wzdłuż jej głównej osi optycznej, z krokiem 10 µm, od płaszczyzna czoła KSM do punktu jej ogniska, tj. punktu, w którym profil wiązki wyjściowej osiągnął minimalny rozmiar.

7.5. Pomiary funkcji autokorelacji ultrakrótkich impulsów laserowych propagujących w torze światłowodowym

Znikomy wpływ światłowodów typu HCARF, jak i innych włókien mikrostrukturalnych o pustym rdzeniu, na szerokość czasową ultrakrótkich impulsów laserowych zostały pokazane w wielu innych pracach [8, 93, 141, 205, 219, 264]. Ponieważ badany układ czujnikowy składał się zarówno z włókna HCARF, jak i krótkiego odcinka klasycznego włókna MM z mikrosoczewką, koniecznym była ocena wpływu całego toru światłowodowego na kształt funkcji autokorelacji propagujących w nim femtosekundowych impulsów laserowych. Pomiary zostały wykonane za pomocą wspomnianego we wcześniejszej sekcji autokorelatora dla trzech oddzielnych przypadków – impulsu bazowego, tj. wprowadzanego do układu światłowodowego, impulsu na wyjściu światłowodu HCARF, oraz impulsu na wyjściu układu HCARF+KSM. W ostatnich dwóch przypadkach wiązki wyjściowe zostały dodatkowo skolimowane za pomocą pojedynczej soczewki asferycznej z pokryciem antyrefleksyjnym (A220TM-B, Thorlabs). Wpływ optyki kolimującej, ze względu na jej niewielką ilość, został pominięty. Średnia moc wyjściowa we wszystkich przypadkach wynosiła 60 mW, pomiary przeprowadzono w trybie autokorelacji intensywnościowej.

7.6. Pomiary widm TPEF

Jako próbki wykorzystano 2 różne ciecze fluorescencyjne – fluoresceinę oraz dinukleotyd flawinoadeninowy (FAD). Fluoresceina była próbką kontrolną, o znanym widmie emisyjnym oraz wysokim przekroju czynnym na absorpcję wielofotonową w zakresie długości fali 700-800 nm ($\sigma_{2P_Fluo} = \langle 20, 30 \rangle$ GM dla $\lambda \in \langle 700, 800 \rangle$ nm, zgodnie z [46]), podczas gdy FAD, jako jeden z naturalnie występujących w organizmach biologicznych fluoroforów, odgrywa ważną rolę w mikroskopii wielofotonowej [47]. Rozpuszczalniki obydwóch związków zostały dobrane zgodnie z ich kartami charakterystyk [265, 266], podczas gdy stężenia roztworów ($C_{Fluo} = 10^{-5}$ M, $C_{FAD} = 10^{-4}$ M) przyjęto na podstawie pracy Huanga i wsp. [48]. Przygotowane roztwory zostały umieszczone we wcześniej wspomnianej kuwecie pomiarowej, wykonanej z bloczka aluminiowego oraz szkiełka nakrywkowego, które znajdowało się pomiędzy roztworem a czołem KSM. Sygnał fluorescencji, po zebraniu za pomocą KSM, propagował

w kierunku przeciwnym do wiązki lasera fs, i był, po uprzednim skolimowaniu go za pomocą obiektywu 10X, kierowany na wielomodowy patchcord (BF10LSMA01, Thorlabs) podłączony do spektrometru USB. Od każdego z zarejestrowanych widm odejmowane było promieniowanie tła, które rejestrowano umieszczając w kuwecie wodę destylowaną. Czas integracji pojedynczego pomiaru wynosił $t_{int} = 5$ s.

7.7. Okna transmisyjne światłowodu HCARF w widzialnym zakresie spektrum

Wyniki przedstawione na rysunku 7.3 potwierdzają zarówno propagację sprzężonego sygnału VIS wewnątrz rdzenia włókna HCARF (rys. 7.3a), jak i obecność pasm obniżonego tłumienia w zakresie widzialnym (rys. 7.3b oraz 7.3c). Tłumienie HCARF zostało określone



Rysunek 7.3. (a) Przekrój poprzeczny struktury włókna HCARF wraz z profilem wiązki wyjściowej w polu bliskim (zielony obszar). Sprzężony szerokopasmowy sygnał lampy halogenowej jest nieodfiltrowany, stąd też dominacja koloru zielonego, którego całkowity udział w widmie emisyjnym lampy jest dominujący. Ilustracja potwierdza rdzeniową propagację sygnału. (b) Widmo emisyjne lampy halogenowej w układzie bez (ZS, niebieski) oraz z włóknem HCARF (HCARF, czerwony). Natężenia obydwóch sygnałów są znormalizowane względem ZS. (c) Straty wtrąceniowe (*IL*) w funkcji długości fali. Obszary o obniżonym tłumieniu (W_1 , W_2 oraz W_3) zostały oznaczone przerywanymi liniami o kolorach odpowiadających ich pasmom spektralnym. Dodatkowo, pomiędzy granicami okna W_3 , został pokazany profil wiązki wyjściowej włókna HCARF dla długości fali $\lambda = 730$ nm i mocy średniej $P_{avg} = 60$ mW.

w postaci strat wtrąceniowych w funkcji długości fali, zgodnie ze wzorem:

$$IL(\lambda) = 10 \log_{10} \left(\frac{I_H(\lambda)}{I_{HCARF}(\lambda)} \right), \tag{7.1}$$

gdzie $I_{H}(\lambda)$ oraz $I_{HCARF}(\lambda)$ oznaczają, kolejno, natężenie emisji lampy halogenowej w układzie bez oraz ze światłowodem HCARF, zgodnie z rys. 7.1. Na wykresie $IL(\lambda)$ (rys. 7.3c) wyraźnie widać 3 okna spektralne, w których tłumienie HCARF jest obniżone ($IL \leq 10$ dB) – niebieskie (414 – 423 nm), zielone (510 – 552 nm) oraz czerwone (680-784 nm), którym odpowiadają kolejne minima strat: $IL_N(\lambda=420.5 \text{ nm}) = 8.93$ dB, $IL_Z(\lambda=537.2 \text{ nm}) = 6.29$ dB oraz $IL_C(\lambda=741.2 \text{ nm}) = 3.81$ dB. Ostatnie 2 okna są szczególnie interesujące z punktu widzenia biologii, biochemii oraz medycyny – okno zielone pokrywa widma emisyjne wielu ważnych fluoroforów endogennych, takich jak melanina, flawiny czy lipofuscyny [267], podczas gdy czerwone odpowiada długościom fal dopasowanych do pobudzenia wielofotonowego wspomnianych związków chemicznych [48].

7.8. Analiza jakości wiązki wyjściowej KSM

Na rysunku 7.4a zaprezentowano zdjęcie profilu KSM umieszczonej w spawarce światłowodowej. Promień krzywizny wyniósł ok. 75 µm i był najmniejsza wartością, jaką udało się uzyskać za pomocą w/w urządzenia. Profile wiązek wyjściowych wspomnianych wcześniej kawałków światłowodu MM z oraz bez mikrosoczewki są pokazane na 7.4b oraz 7.4c. W obydwóch przypadkach kształt profili wyjściowych był kontrolowany poprzez odpowiednie ustawienie włókien HCARF oraz MM względem siebie za pomocą wspomnianych wcześniej mikropozycjonerów XYZ. Aby ocenić faktyczną wartość dywergencji obydwóch odcinków światłowodu MM (tj. bez oraz z mikrosoczewką), przyjęto założenie, że zarówno kształt profili wyjściowych, jak i wartości mocy optycznych, będą możliwie zbliżone do siebie w obydwóch przypadkach. Średnie moce wyjściowe w przypadku 7.4b oraz 7.4c wyniosły 60±1 mW, przy podobnych, gaussowskich kształtach profili wiązek. W przypadku obydwóch profili można zauważyć lekką asymetrię w osi Y - może to być spowodowane kątowym pochyleniem obydwóch włókien względem siebie. Ostatecznie jednak przyjęto, że warunki pobudzenia były w każdym przypadku podobne. Porównując 7.4b oraz 7.4c można zauważyć, że w obydwóch przypadkach mamy do czynienia z rozkładami quasi-gaussowskimi, z czego w przypadku 7.4c rozkład jest bardziej symetryczny w kierunku Y. Dodatkowo, średnica profilu wiązki z 4c jest większa niż w przypadku 7.4b, co jest zgodne ze zmierzonymi wartościami kąta dywergencji wiązek wyjściowych (α) – w przypadku 7.4c wyniósł on ~4.96°, podczas gdy dla 7.4b ~2.27°. Na podstawie tych wyników można wnioskować, że zdolność zbierania sygnału fluorescencji

jest lepsza w przypadku KSM niż w przypadku kawałka MMF bez soczewki. Co ciekawe, w obu wymienionych przypadkach wartość α nie odpowiada tej wynikającej z apertury włókna MM podanej przez producenta ($NA_{MMF} = 0.1$, co odpowiada $\alpha = 5.74^{\circ}$). Fakt ten prawdopodobnie ma związek ze wspominaną kilkukrotnie długością l_{KSM} – jest ona zbyt mała,



Rysunek 7.4. (a) Zdjęcie mikrosoczewki wykonanej za pomocą łukowej spawarki światłowodowej. Płaszczyzna wyjściowa, oznaczona żółtą przerywaną linią, odpowiada płaszczyźnie, w której została zobrazowana wiązka na (d). Profil wiązki wyjściowej światłowodu MM bez mikrosoczewki (b) oraz z mikrosoczewką (c). Zdjęcia przekroju wiązki wyjściowej w płaszczyźnie wyjściowej (d) oraz ogniskowej (e). Odległość pomiędzy obydwiema płaszczyznami wynosi 200 μm. Zmniejszenie rozmiaru plamki jest wyraźne i pokazuje zdolność KSM do skupiania światła.

aby pobudzić wszystkie mody rdzeniowe, przez co wartość dywergencji jest mniejsza od oczekiwanej. Zdolność skupiająca oraz redukcja rozmiaru plamki w przypadku KSM zostały potwierdzone poprzez zobrazowanie jej wiązki wyjściowej w dwóch płaszczyznach – wyjściowej (rys. 7.4d), będącej płaszczyzną czołową KSM, oraz ogniskowej (rys. 7.4e), którą zlokalizowano w odległości ok. 200 μm od czoła KSM. Odległość płaszczyzny ogniskowej od czoła jest ogniskową czołową KSM (*WD_{KSM}*). Średnice plamek w przypadku 7.4d oraz 7.4e

wyniosły, kolejno, 42 oraz 15 μm, co pokazuje efekt skupienia wiązki wyjściowej. Jakkolwiek 15 μm jest zbyt dużą wartością do celów wysokorozdzielczego obrazowania próbek, to jednak wystarcza do przeprowadzenia eksperymentów z zakresu spektroskopii wielofotonowej. Wszystkie wyznaczone w tej sekcji parametry wiązek wyjściowych są zaprezentowane w tabeli 7.2.

Tabela 7.2. Parametry wiązek wyjściowych (λ =730 nm) dla różnych układów światłowodowych. Wartości sinusa kąta dywergencji (*sin*(α)) dla każdego z przypadków są podane, aby umożliwić łatwiejsze porównanie otrzymanych wyników z wartościami apertur numerycznych poszczególnych światłowodów. Położenie płaszczyzny wyjściowej zostało zaprezentowane na rysunku 4a. W przypadkach 1 i 2 (HCARF oraz HCARF+MM bez mikrosoczewki) nie zaobserwowano występowania efektu skupienia wiązek wyjściowych, stąd też nie podano dla nich wartości parametrów *WD* oraz rozmiaru plamki w płaszczyźnie ogniskowej.

Rodzaj światłowodu	Kąt dywergencji α [º] (sin(α) w nawiasach)	Ogniskowa czołowa <i>WD</i> [µm]	Rozmiar plamki w płaszczyźnie wyjściowej [µm]	Rozmiar plamki w plaszczyźnie ogniskowej [µm]
HCARF	2.34 (0.04)	-	21	-
HCARF+MM (bez mikrosoczewki)	2.27 (0.04)	-	22	-
HCARF+KSM	4.96 (0.09)	200	42	15

7.9. Propagacja ultrakrótkich impulsów laserowych w światłowodowym układzie czujnikowym

Rysunek 7.5 przedstawia funkcje autokorelacji dopasowane do impulsów propagujących



Rysunek 7.5. Funkcje autokorelacji dopasowane do impulsu wiązki fundamentalnej propagującego w wolnej przestrzeni (Laser, czerwona linia), sprzężonego z HCARF (HCARF, zielony) oraz z układem HCARF+KSM (HCARF+KSM, niebieski). Natężenia każdego z impulsów są znormalizowane względem jego maksimum. Wyznaczone szerokości impulsów są przedstawione w lewym górnym rogu wykresu. Rozdzielczość pomiarów wynosiła ± 1 fs; 2 strzałki na środku wykresu wskazują na linię wyznaczającą szerokość połówkową każdego z impulsów (τ).

w odpowiadających im układach. Przy dopasowywaniu przyjęto, ze impulsy można opisać za pomocą funkcji sech², w związku z czym ich szerokość połówkową τ można obliczyć na podstawie wzoru $\tau = \frac{\tau_{ACF}}{1.54}$ [250], gdzie τ_{ACF} odpowiada szerokości połówkowej funkcji autokorelacji dopasowanej do impulsu a 1.54 jest współczynnikiem stałym odpowiadającym funkcji sech². Obliczone wartości τ są zaokrąglone w górę do wartości rozdzielczości autokorelatora, która wyniosła $\Delta \tau \approx \pm 1$ fs. Całkowite poszerzenie czasowe impulsu wiązki fundamentalnej lasera wprowadzonej do HCARF wyniosło 2 fs (ze 162 do 164 fs), podobnie jak w przypadku wcześniej publikowanych prac [8]. Po rozszerzeniu układu o KSM, impuls uległ poszerzeniu dyspersyjnemu o kolejne 5 fs (ze 164 do 169 fs), co pokazuje, że element ten był głównym źródłem dyspersji w czujniku, pomimo jego niewielkiej długości. Mimo to, całkowita szerokość impulsu zwiększyła się zaledwie o 7 fs, co w przypadku przedstawionego układu czujnikowego można uznać za wielkość pomijalną.

7.10. Widma TPEF fluoresceiny oraz FAD - wyniki

Rysunek 7.6 przedstawia zarejestrowane widma emisji fluorescencji FAD oraz fluoresceiny. Ich maksima emisyjne wyniosły kolejno 520.2 nm oraz 528.6 nm dla fluoresceiny i FAD, i są wartościami zgodnymi z wynikami prezentowanymi przez innych badaczy [48, 252]. Obydwa widma nieznacznie przekroczyły granicę okna transmisyjnego W_2 , co jest związane z ich natężeniem, które było wystarczająco wysokie, aby przekroczyć straty na poziomie 10 dB.



Rysunek 7.6. Widmo TPEF FAD (pomarańczowy) oraz fluoresceiny (niebieski). Zielone przerywane linie pokazują granice okna transmisyjnego W_2 włókna HCARF, jednocześnie tłumacząc fakt występowania zniekształceń spektralnych obydwóch zarejestrowanych widm, w szczególności FAD.

Porównując zmierzone widmo fluoresceiny z jego odpowiednikiem rejestrowanym w wolnej przestrzeni [252] można zauważyć, że obydwa mają bardzo zbliżony kształt, co wiąże się

z faktem dobrego 'wpasowania' emisji fluoresceiny w okno W_2 wykorzystanego w eksperymencie HCARF. Wykonując takie samo porównanie dla FAD można zauważyć, że zniekształcenie jego widma jest już większe [48]. Sygnał FAD jest przesunięty w kierunku większych długości fal, a całe widmo emisyjne jest szersze niż w przypadku fluoresceiny. W związku z tym okno W_2 jest zbyt wąskie, aby równomiernie pokryć całe widmo FAD i oddać jego kształt; zarejestrowany sygnał FAD sprawia przez to wrażenie symetrycznego. W przypadku prezentowanego eksperymentu, gdzie przeprowadzony był stacjonarny, tj. niezależny od czasu, pomiar fluorescencji, ograniczona szerokość W_2 jest wadą, jednak łatwo wyobrazić sobie sytuację, w której mogłaby być zaletą – np. w sytuacjach, gdzie wymagane jest filtrowanie sygnału, bądź interesujący jest konkretny obszar spektralny.

7.11. Podsumowanie wyników

W tej sekcji zaprezentowano pierwszą na świecie próbę wykonania czujnika fluorescencji wzbudzanej wielofotonowo opartego o pojedynczy światłowód antyrezonansowy o pustym rdzeniu. Wykorzystany światłowód posiada 3 pasma transmisyjne w widzialnym obszarze widma: niebieskie (414-423 nm), zielone (510-552 nm) oraz czerwone (680-784 nm), spośród których ostatnie dwa zostały wykorzystane w celu pobudzenia (czerwone) oraz detekcji (zielone) fluorescencji dwóch związków chemicznych - fluoresceiny oraz dinukleotydu flawinoadeninowego (FAD). Wydajność wielofotonowego wzbudzenia fluorescencji została zwiększona poprzez zastosowanie wytworzonej na końcu odcinka światłowodu wielomodowego mikrosoczewki o kącie dywergencji $\alpha = 5^{\circ}$, pozwalającej na uzyskanie plamki o profilu quasi-gaussowskim, o średnicy 15 µm w odległości 200 µm od jej czoła. Poszerzenie czasowe impulsów laserowych o szerokości 162 fs, propagujących w prezentowanym czujniku, wyniosło jedynie (7±1) fs, czyniąc go elementem o potencjalnym zastosowaniu w metodach optyki nieliniowej, co zostało udowodnione poprzez wzbudzenie wielofotonowe, a następnie zebranie sygnału fluorescencji wspomnianych wcześniej fluoroforów. Całkowita średnica czujnika jest równa średnicy standardowego włókna światłowodowego, tj. 125 µm, dzięki czemu jego potencjalna inwazyjność jest minimalna, czyniąc go rozwiązaniem bardzo interesującym do zastosowań w biologii i medycynie, np. do badań układu nerwowego [224].

8. Całkowicie światłowodowy czujnik fluorescencji wielofotonowej wykorzystujący światłowód fotoniczny o pustym rdzeniu, wielomodowy sprzęgacz światłowodowy oraz mikrosoczewkę światłowodową

Wytwarzanie stałych połączeń pomiędzy MOF i innymi włóknami optycznymi za pomocą spawarek światłowodowych jest mocno utrudnione przez mikrostrukturę MOF, która ulega deformacji oraz zapadaniu pod wpływem wysokich temperatur. Połączenia spawane mają jednak wiele zalet, m.in. poprawiają niezawodność układu zwiększając jego odporność na zaburzenia mechaniczne (drgania, przemieszczenie itp.), które mogą powodować spadek jego wydajności, a z czasem stwarzać konieczność jego ponownej adjustacji. Jest to szczególnie istotne w przypadku układów czujnikowych, które posiadają elementy poddawane częstym odkształceniom w wyniku ich normalnego użytkowania, tak jak to ma miejsce np. w przypadku endoskopów. Połączenia tego typu mogłyby również przyspieszyć moment wykorzystania NLOM w badaniach biologicznych *in vivo*, pozwalając na tworzenie prostych i wydajnych światłowodowych urządzeń diagnostycznych.

W zaprezentowanym poniżej układzie światłowodowym udało się połączyć HCPBF z wielomodowym sprzęgaczem światłowodowym opartym o włókno gradientowe (GI-MMF). Połączenia dokonano za pomocą konwencjonalnej spawarki dwuelektrodowej, czego rezultatem jest opracowanie powtarzalnej procedury wytwarzania stałych połączeń w/w włókien o niskich stratach ($SL = 0.32\pm0.1$ dB). Pozwoliło to na stworzenie hybrydowego urządzenia światłowodowego, które pozwala na transmitowanie impulsów laserowych o długości fali 780 nm, czasie trwania 250 fs oraz mocy średniej 20 mW, co jest wystarczające do wywołania zjawiska fluorescencji wielofotonowej. Głowicę czujnika stanowiło jedno z ramion wspomnianego sprzęgacza, na końcu którego dodatkowo wykonano mikrosoczewkę światłowodową w celu zwiększenia wydajności wzbudzenia fluorescencji. Sygnał fluorescencji został zebrany za pomocą tej samej głowicy, a następnie przesłany za pomocą ramienia sygnałowego sprzegacza do spektrometru. Jest to jedna z pierwszych na świecie prób wykonania modularnego, całkowicie światłowodowego urządzenia, które mogłoby posłużyć jako baza do wykonania prostego, stabilnego rozwiązania do punktowej diagnostyki medycznej, o minimalnych rozmiarach. Przedstawione poniżej wyniki badań zostały opublikowane w pracy [10].

8.1. Układ eksperymentalny

Jednym z głównych problemów do rozwiązania w celu zrealizowania całkowicie światłowodowego czujnika fluorescencji wielofotonowej było opracowanie powtarzalnej techniki łączenia włókien fotonicznych z włóknami konwencjonalnymi. Ponieważ jednym z założeń było wykonanie spawania możliwie niskim nakładem kosztów, wykorzystano do tego celu standardowa, dwu-elektrodowa spawarkę światłowodowa (FSU-975, Ericsson). Sama procedura spawania tego rodzaju włókien jest zadaniem skomplikowanym, i została szerzej opisana w sekcji 7.2 niniejszej pracy. Połączenie wykonano pomiędzy włóknem typu HCPBF (HC-800B, NKT® Photonics) oraz GI-MMF, na którym wykonano telekomunikacyjny sprzęgacz światłowodowy typu Y (1x2), o współczynniku podziału CR 50:50 dla długości fali 850 oraz 1310 nm. Warto tutaj zauważyć, że optymalne długości fali wykorzystanego sprzegacza odbiegają od kluczowych dla eksperymentu pasm spektralnych – 770-790 nm (widmo femtosekundowego źródła laserowego) oraz 500-650 nm (widmo emisji fluoresceiny). W związku z powyższym, aby ocenić parametry optyczne w/w sprzegacza, do jego ramienia wspólnego (będącego w docelowym układzie ramieniem detekcyjnym, RD) wprowadzono wiązkę światła białego (AQ4305, Yokogawa), a następnie widmo sygnału wyjściowego pozostałych dwóch ramion badano za pomocą spektrometru (USB2000, OceanOptics). Jako ramię wejściowe sprzegacza, tj. ramię, do którego wprowadzono laserową wiązkę pobudzającą poprzez uprzednie połączenie go ze światłowodem HCPBF, wybrano ramię o niższej wartości strat wtrąceniowych, i nazwano je ramieniem pobudzającym (RP). Spawarka światłowodowa została również wykorzystana w celu wykonania na końcu ramienia RD, które było w proponowanym układzie czujnikowym ramieniem detekcyjnym, mikrosoczewki światłowodowej, która pozwoliła zarówno na lepsze skupienie wiązki pobudzającej, jak i poprawienie zdolności zbierania sygnału fluorescencyjnego za pomocą proponowanego czujnika. Parametry optyczne tej soczewki (apertura numeryczna oraz profil wiązki wyjściowej w polu dalekim) zostały zmierzone za pomocą profilomierza laserowego (BP-109IR, Thorlabs).

Ze względu na fakt wykonania sprzęgacza ze światłowodu typu GI-MMF, oczywistym było wystąpienie zjawiska rozmycia femtosekundowego impulsu laserowego w wyniku dyspersji (materiałowej oraz wielomodowej) włókna. W związku z powyższym, koniecznym było określenie wpływu układu czujnika na profil czasowy transmitowanych impulsów laserowych poprzez pomiar ich funkcji autokorelacji (ACF) za pomocą autokorelatora (pulseCheck, A.P.E. GmbH). Impuls laserowy zmierzono dla czterech różnych przypadków propagacji – impuls bazowy, tj. propagujący w wolnej przestrzeni, impuls na wyjściu światłowodu typu HCPBF, impuls na wyjściu sprzegacza GI-MMF, oraz impuls na wyjściu układu HCPBF+GI-MMF. Każda z badanych wiązek była kolimowana za pomocą obiektywu mikroskopowego typu 10X, o aperturze numerycznej NA = 0.24, a następnie kierowana na aperturę autokorelatora. W przypadku układu HCPBF+GI-MMF impuls wyjściowy był mierzony zarówno przed, jak i po wykonaniu spawu pomiędzy tymi światłowodami. Było to o tyle istotne, że spawanie światłowodów typu HCPBF odbywa się w niższych temperaturach, niż w przypadku światłowodów konwencjonalnych, a to z kolei zwiększa prawdopodobieństwo osiowego niedopasowania rdzeni światłowodów ze względu na odkształcenia termiczne ich końcówek. Efekt ten może skutkować zmianą profilu modowego światłowodu GI-MMF ze względu na zmianę geometrii pobudzenia jego rdzenia, i wpływać bezpośrednio na szerokość impulsu wyjściowego. Należy tutaj również podkreślić, że problem poszerzenia impulsu laserowego w światłowodzie GI-MMF został bezpośrednio zaadresowany w sposób doświadczalny – poprzez zmniejszenie całkowitej długości GI-MMF na drodze pobudzającego impulsu laserowego – 2 ramiona sprzegacza zostały skrócone z 1 m do ok. 30 cm każde, oraz wykorzystując fakt, że dyspersja w HCPBF dla tej długości fali jest anomalna (tj. parametr dyspersyjny D dla tego światłowodu przy $\lambda = 780$ nm jest dodatni), dzięki czemu możliwym była kompensacja normalnej dyspersji GI-MMF, zgodnie z teorią przedstawioną w rozdziale 4.3.

Układ czujnika TPEF jest zaprezentowany na rysunku 8.1a. Jak można zauważyć, oprócz dwóch obiektywów wykorzystanych do wprowadzenia fundamentalnej wiązki impulsowej lasera do światłowodu HCPBF oraz skupienia sygnału fluorescencji na szczelinie spektrometru, w układzie wykorzystane są wyłącznie elementy światłowodowe. Sygnał wyjściowy lasera światłowodowego (EFOA-SH, Atseva) generującego ultrakrótkie impulsy świetlne o długości fali $\lambda_{laser} = 780$ nm oraz czasie trwania $\tau_{laser} = 130$ fs, przy częstotliwości repetycji $f_{rep} = 78$ MHz oraz mocy średniej $P_{avg} = 120$ mW, został wprowadzony do światłowodu HCPBF za pomocą obiektywu mikroskopowego. Światłowód HCPBF miał ok. 9 m długości, podczas gdy maksymalna uzyskana moc na wyjściu światłowodu wyniosła 60 mW. Straty na tym poziomie były spowodowane głównie tłumieniem światłowodu oraz niedopasowaniem apertury światłowodu ($NA_{HCPBF} \approx 0.2$) do apertury obiektywu skupiającego wiązkę laserową ($NA_{OI} = 0.26$). W celu kontroli mocy wiązki laserowej wykorzystano obrotowy filtr szary o zmiennej gęstości optycznej (ND-100C-4M, Thorlabs). Ramię detekcyjne sprzęgacza światłowodowego, z uprzednio wykonaną na jego końcu mikrosoczewką, zanurzono w wodnym roztworze fluoresceiny o stężeniu $C_{fluo} \approx 10^{-5}$ M.

Wzbudzona fluorescencja była zbierana za pomocą tej samej końcówki światłowodowej, i za pomocą trzeciego ramienia sprzęgacza (ramienia fluorescencyjnego, RF) przesyłana bezpośrednio do spektrometru. W celu eliminacji rozproszonego wstecznie promieniowania laserowego zastosowano pasmowy filtr barwny (FGB37-A, Thorlabs), za którym ustawiono dodatkowo obiektyw mikroskopowy, aby skupić wiązkę wyjściową ramienia RF na szczelinie spektrometru. Czas integracji spektrometru wyniósł $t_{int} = 2$ s.



Rysunek 8.1. (a) Schemat układu optycznego wykorzystującego całkowicie światłowodowy czujnik fluorescencji wielofotonowej. FN - filtr neutralny; O1,O2 - obiektywy mikroskopowe; HCPBF - światłowód fotoniczny; PS - punkt spawu; S – wielomodowy sprzęgacz światłowodowy; RP, RD, RF – kolejno: ramię pobudzające, ramię detekcyjne oraz ramię fluorescencyjne wykorzystanego sprzęgacza; KMS – końcówka ramienia detekcyjnego sprzęgacza zakończona mikrosoczewką światłowodową; F – pasmowy filtr barwny. (b) Profil poprzeczny dwuwymiarowej struktury fotonicznej wykorzystanego światłowodu HCPBF. Czarny pasek skali znajdujący się w lewym dolnym rogu ilustracji odpowiada długości 10 μm.

8.2. Łączenie światłowodów fotonicznych oraz światłowodów konwencjonalnych z wykorzystaniem elektrodowej spawarki światłowodowej

Wydajność sprzężenia sygnału pomiędzy dwoma światłowodami można oszacować wyznaczając współczynnik sprzężenia [268]:

$$\eta = \int E_i^{(L)} E_j^{(R)} \, dA, \tag{7.1}$$

gdzie $E_i^{(L)}$ oraz $E_j^{(P)}$ to funkcje rozkładu przestrzennego amplitud modu wejściowego oraz transmitowanego; całkowanie odbywa się po powierzchni przekroju poprzecznego światłowodu. Ułamek po prawej stronie zawierający całki stanowi całkę pokrycia pól modów spawanych światłowodów, a całkowanie odbywa się po współrzędnych biegunowych. Powyższa metoda sprawdza się jednak jedynie dla włókien jednomodowych. W przypadku wykorzystanych w powyższym eksperymencie światłowodów, jest ona trudna do zaimplementowania ze względu na nieznaną całkowitą ilość energii przenoszoną przez każdy z modów prowadzonych zarówno przez światłowód typu HCPBF, jak i GI-MMF [269]. Co więcej, mechanika spawania światłowodów mikrostrukturalnych (w tym światłowodów typu HCPBF) jest również zupełnie inna. Efekt zapadania się struktury fotonicznej w pobliżu miejsca spawu stanowi spore wyzwanie technologiczne, i w wielu pracach poświęcono mu dużo uwagi [258, 259, 270]. Ze względu na lepkość szkła, która ulega znacznemu zmniejszeniu pod wpływem wysokich temperatur występujących w miejscu spawania, mikrostrukturalny płaszcz zapada się, naruszając tym samym jego zdolność do utrzymania prowadzonej fali świetlnej wewnątrz rdzenia. Przewodnictwo cieplne w kierunku rdzenia światłowodów mikrostrukturalnych jest znacznie utrudnione z racji występowania bardzo wąskich mostków cieplnych w postaci szklanej siatki pomiędzy poszczególnymi komórkami mikrostruktury, przez co obserwuje się również sięgające 20°C różnice w temperaturze pomiędzy najbardziej zewnętrzną a najbardziej wewnętrzną (tj. najbliższą głównej osi optycznej światłowodu) częścią struktury, co oprócz wspomnianego wcześniej pogorszenia własności optycznych struktury, wpływa również na właściwości mechaniczne samego spawu, takie jak jego wytrzymałość [258].

Odpowiednie parametry spawania zostały dobrane na podstawie pracy Thapy i wsp. [269], którzy jako pierwsi zaprezentowali dobrej jakości (tj. o niskich stratach oraz dobrej wytrzymałości mechanicznej) spaw pomiędzy światłowodem HCPBF i SMF i wykorzystali go do spektroskopii gazów. Zastosowanie oryginalnych parametrów prezentowanych w w/w pracy skutkowało jednak powstawaniem spawów o bardzo małej wytrzymałości mechanicznej, pękających natychmiast po wyjęciu z uchwytów spawarki. Zjawisko to było efektem różnic w rodzajach obydwóch struktur fotonicznych (tj. struktury światłowodu HCPBF użytego w niniejszym eksperymencie oraz światłowodu wykorzystanego w [269]) – średnica struktury fotonicznej światłowodu HC-800-02 wynosi 45 µm, podczas gdy w przypadku światłowodu HC-1550-02, wykorzystanego przez [269], średnica ta jest ok. 1.5 raza większa (70 µm). Powoduje to, że całkowita objętość szkła w przypadku światłowodu HC-800-02 jest zdecydowanie większa i wymaga on wyższych temperatur, a więc i większych wartości prądu spawania, pozwalającego na wytworzenie silniejszego mechanicznie połączenia pomiędzy obydwoma włóknami. Fakt ten został wcześniej potwierdzony w pracy Xiao i wsp. [259]. Ostatecznie, optymalne parametry spawania zostały wyznaczone poprzez wykonanie ok. 30 spawów, przy założeniu strat (SL) ≤ 0.5 dB oraz promienia gięcia spawu (r_{bend}) ≤ 1.8 cm. Jakkolwiek możliwym było założenie kryteriów bardziej restrykcyjnych, tj. niższych wartości strat oraz promienia gięcia, to jednak nie zdecydowano się na to ze względu na fakt

występowania w prezentowanym układzie eksperymentalnym zaledwie jednego spawu pomiędzy światłowodem HCPBF i GI-MMF. Przed samym spawaniem obydwa światłowody zostały odpowiednio przygotowane, tj. przycięte (FC-6S, Sumitomo) oraz oczyszczone za pomocą chusteczki bezpyłowej. Procedura spawania składa się z trzech głównych faz pierwszej, kiedy to czoła spawanych włókien są zmiękczane, drugiej, kiedy poprzez dociśnięcie do siebie włókien powstaje spaw, oraz trzeciej, kiedy wartość prąd łuku spawalniczego zostaje obniżona w celu odpuszczenia naprężeń materiałowych oraz zwiększenia wytrzymałości mechanicznej spawu. Na podstawie powyższego opisu łatwo wywnioskować, że faktyczne połaczenie pomiędzy obydwoma włóknami powstaje w trakcie faz nr 2 i 3, dlatego też główne modyfikacje w procedurze spawania były wprowadzane w parametrach je opisujących. Konkretne wartości tych parametrów są przedstawione w tabeli 8.1. Dodatkowo, poziom sygnału na wyjściu sprzegacza GI-MMF był kontrolowany za pomocą miernika mocy optycznej (S121C oraz PM100D, Thorlabs), dzięki czemu możliwym była ciągła obserwacja ewolucji strat połączenia wraz z kolejnymi fazami spawania (rys. 8.2). W trakcie tych pomiarów zauważono, że w trakcie pierwszej fazy spawania, kiedy obie końcówki światłowodów są poddawane działaniu łuku o prądzie $I_{arc} = 10$ mA przez 0.2 s, straty rosną bardzo szybko, co wskazywało, że optymalna wartość prądu spawania znajduje się gdzieś pomiędzy 6.3 mA (wartość bazowa z [269]) a 10 mA. Należy tutaj także zwrócić uwagę na fakt przesunięcia światłowodów względem środka elektrod – światłowód HCPBF został cofnięty o ok. 5 μm w stosunku do linii środkowej, aby ograniczyć wpływ temperatury na jego strukturę. Cofnięcie to można zaobserwować w wartości parametru 'Środek' (ang. Offset), który bazowo jest ustawiony na wartość 255, podczas gdy w tym przypadku wyniósł on 260.

Tabe	ela 8.1. Parametry pro	ogramu spawani	a światłowodu	ı fotonicznego typ	u HCI	PBF (HC	C-80	00-02, NH	KT Photoni	cs)
oraz	konwencjonalnego,	gradientowego	światłowodu	wielomodowego	typu	OM-2,	za	pomocą	standardov	vej
spaw	arki elektrodowej.									

Nazwa parametru (jednostka)	Wartość	
Czas prespawu (s)	0.1	
Prąd prespawu (mA)	10	
Szczelina (µm)	10	
Zakładka (µm)	10	
Czas spawania 1 t_{F1} (s)	0.2	
Prąd spawania 1 I_{F1} (mA)	10	
Czas spawania 2 t_{F2} (s)	6	
Prąd spawania 2 I_{F2} (mA)	9.4	
Czas spawania 3 t_{F3} (s)	6	
Prąd spawania 3 I_{F3} (mA)	8	
Środek (-)	260	

Optymalne parametry zostały potwierdzone poprzez wykonanie pięciu kolejnych spawów i końcowych wartości strat oraz promienia gięcia każdego z nich, co można zobaczyć w Tabeli 8.2. Średnie straty spawania w kierunku od HCPBF do GI-MMF wyniosły (0.32±0.1) dB, podczas gdy każdy spaw wytrzymał gięcie na promieniu o wartości ≤ 1.8 cm. Straty wynikające z gięcia samego spawu w żadnym z przypadków nie przekroczyły wartości 0.07 dB. Przykładowe zdjęcie wykonanego spawu światłowodów HCPBF oraz MMF można zobaczyć na rysunku 8.3. Zapadnięcie się struktury powoduje wyraźnie widoczne rozświetlenie obszaru w pobliżu spawu spowodowane rozpraszaniem oraz odbiciami światła w tamtym obszarze, co jest obserwowalne zarówno na ekranie spawarki, jak i gołym okiem, po wykonaniu samego spawu (rys. 8.3b, c). Nie miało to jednak dużego wpływu na wartość samych strat, co można przypisać własności sprzęgania się prowadzonych modów w kierunku od światłowodu HCPBF do światłowodu GI-MMF, czyli od mniejszego, do większego rdzenia.



Rysunek 8.2. Ewolucja strat spawu w trakcie procesu łączenia światłowodów HCPBF i GI-MMF. Kropkowane linie wskazują na moment rozpoczęcia oraz zakończenia kolejnych, głównych faz spawania. SL rosną najszybciej w trakcie fazy nr 1 - wtedy też obydwa światłowody są poddawane działaniu najwyższego prądu ($I_{FI} = 10$ mA). Straty spadają natychmiast po zakończeniu fazy 3 spawania z ~0.5 dB do ~0.3 dB; jest to prawdopodobnie spowodowane faktem zakończenia procedury dociskania czół spawanych światłowodów do siebie, co skutkuje zmniejszeniem przesunięcia osiowego rdzeni i pozytywnie wpływa na sprzęganie się modów HCPBF do modów GI-MMF w miejscu spawu.

Tabela 8.2. Zestawienie wartości strat gięcia spawu, strat spawu oraz promienia gięcia spawu dla pięciu kolejnych połączeń spawanych pomiędzy światłowodami HCPBF oraz MMF, wykonanych zgodnie z parametrami zaprezentowanymi w Tabeli 1. Wartości średnie zaprezentowane w ostatnim wierszu są średnimi arytmetycznymi, wraz z ich niepewnością w postaci odchylenia standardowego.

Nr spawu	Straty spawu SL (dB)	Promień gięcia (<i>r_g</i>) (cm)	Straty zgięciowe spawu SBL (dB)
1	0.23		0.04
2	0.26		0.03
3	0.46	≤1.8	0.07
4	0.27		0.03
5	0.36		0.05
Średnia	(0.32 ± 0.1) dB	-	(0.04 ± 0.02) dB



Rysunek 8.3. (a) Zdjęcie spawu pomiędzy światłowodami HCPBF oraz GI-MMF. (b) Zdjęcie tego samego spawu podczas propagacji sygnału laserowego ($\lambda = 780$ nm) w układzie. Jasne, koliste obszary w pobliżu spawu są spowodowane rozpraszaniem oraz odbiciami transmitowanej wiązki laserowej w obszarze zapadnięcia się struktury fotonicznej światłowodu HCPBF. (c) Zdjęcie wykonanego spawu ukazujące efekt rozpraszania oraz odbicia, pokazany na (b). Średnia moc transmitowanej wiązki w punkcie spawu (w tym przypadku) wynosiła ~30 mW.

8.3. Wytworzenie mikrosoczewki światłowodowej na końcu głowicy czujnika światłowodowego

Proces wytwarzania mikrosoczewek światłowodowych, wraz z analizą ich właściwości optycznych (rozmiar plamki w punkcie ogniska, położenie ogniskowej czołowej etc.), był dokładnie analizowany przez inne grupy badawcze [256, 257, 262, 271]. Głównym celem w przypadku przedstawianego eksperymentu było uzyskanie końcówki z możliwie małym promieniem krzywizny, co skutkowałoby krótką ogniskową wytworzonej soczewki oraz dużą wartością apertury numerycznej, co pozytywnie wpłynęłoby na wydajność TPEF. Mikrosoczewkę wykonano na końcu RD sprzęgacza za pomocą opisywanej uprzednio spawarki elektrodowej. Podobnie jak w poprzednim rozdziale, jako bazowy wykorzystano program służący do wykonywania przewężeń światłowodowych. Parametry poszczególnych etapów wytwarzania soczewki są przedstawione w tabeli 8.3. Wykonana soczewka, wraz z profilem jej wiązki wyjściowej zmierzonym w polu dalekim, jest zaprezentowana na rysunku 8.4. Profil wiązki ma kształt bardzo zbliżony do gaussowskiego w obydwóch płaszczyznach (X i Y), co sugeruje dobrą jakość przestrzenną wiązki oraz odpowiednio

centryczne sprzężenie światłowodu HCPBF i GI-MMF. Odległość ogniskowej czołowej, zmierzona zgodnie z procedurą przedstawioną w [257, 271], wyniosła ok. 180 µm.

Tabela 8.3. Parametry programu spawarki wykorzystanego w celu wytworzenia mikrosoczewki światłowodowej. Wykorzystanie jako bazy programu do wytwarzania przewężeń światłowodów oznaczało, że w trakcie całego procesu końcówka światłowodu była odsuwana, ze stała prędkością, w kierunku od łuku elektrycznego spawarki. Wartości prądów były wysokie (kolejno 15, 10 i 10 mA dla poszczególnych etapów procesu), jednak poprzez mocne bazowe odsunięcie końcówki z dala od łuku (parametr Środek = 305) udało się uniknąć zbyt mocnego oddziaływania temperatury ze światłowodem i uzyskać odpowiednią wartość promienia krzywizny soczewki (ok. 75 μm).

Nazwa parametru (jednostka)	Wartość
Czas prespawu (s)	0.2
Prąd prespawu (mA)	10
Czas spawania 1 t_{F1} (s)	2
Prąd spawania 1 I _{F1} (mA)	15
Czas spawania 2 t_{F2} (s)	2
Prąd spawania 2 I _{F2} (mA)	10
Czas spawania 3 t _{F3} (s)	1
Prąd spawania 3 I _{F3} (mA)	10
Środek (-)	305



Rysunek 8.4. (a) Zdjęcie końcówki światłowodu GI-MMF ukształtowanej w postać mikrosoczewki (b) Profil wiązki wyjściowej w polu dalekim światłowodu zakończonego mikrosoczewką. Pasek skali znajdujący się w lewym dolnym rogu 8.4a odpowiada 125 μm.

8.4. Transmisja ultrakrótkich sygnałów laserowych w proponowanym układzie światłowodowym oraz jego zastosowanie do celów spektroskopii TPEF

Pomiar szerokości połówkowej ultrakrótkich impulsów laserowych transmitowanych w eksperymentalnym układzie światłowodowym był kluczowy ze względu na obecność odcinka światłowodu wielomodowego, którego całkowita dyspersja, będąca wypadkową dyspersji chromatycznej i modowej, może w dużym stopniu zniekształcać profil czasowy w/w impulsów poprzez jego poszerzenie. W efekcie szczytowa wartość mocy w impulsie jest znacznie zredukowana, a to z kolei negatywnie wpływa na wydajność zjawiska absorpcji wielofotonowej, a więc i samej fluorescencji [16]. Uzyskane w wyniku pomiarów

z wykorzystaniem autokorelatora funkcje autokorelacji (FA) impulsów laserowych transmitowanych w różnych układach są zaprezentowane na rysunku 8.5. Każda z FA została



Rysunek 8.5. Funkcje autokorelacji femtosekundowych impulsów laserowych (czerwona linia ciągła), wraz z krzywymi dopasowania (niebieska linia przerywana), propagujących w: (a) światłowodzie HCPBF (b) sprzęgaczu GI-MMF (c) układzie HCPBF+GI-MMF, przed zespawaniem (d) układzie HCPBF+GI-MMF, po zespawaniu. W przypadkach impulsów propagujących w układach ze sprzęgaczem, tj. dla krzywych na 5a, b oraz c, na końcu sprzęgacza znajdowała się mikrosoczewka. Porównując 5b oraz 5c można zauważyć kompresję impulsu, związaną z wzajemną kompensacją efektów dyspersyjnych pochodzących od światłowodów HCPBF oraz GI-MMF.

dopasowana krzywą Lorentza, która wykazywała dla badanych impulsów najmniejsze błędy dopasowania (wartość parametru R^2 dla każdego z przypadków wynosiła przynajmniej 0.998). Jak wspomniano wcześniej, dyspersja HCPBF wynosi $D_{HCPBF} \approx 10 \frac{ps}{nm \times km}$ przy $\lambda = 780$ nm. Na podstawie tej wartości można łatwo zauważyć, że całkowite poszerzenie czasowe impulsu laserowego po przebyciu odcinka HCPBF o długości 9 m powinno wynieść ok. 90 fs. Ponieważ parametr dyspersyjny HCPBF jest dodatni, co wprost mówi o fakcie anomalności jego dyspersji, oczekiwano częściowej kompensacji dyspersji włókna GI-MMF, a co za tym idzie, ograniczenia całkowitego poszerzenia impulsu laserowego po przebyciu toru
światłowodowego. Kolejne krzywe autokorelacji (rys. 8.5a-c), wraz z dopasowanymi do nich funkcjami Lorentza, potwierdzają te przypuszczenia. Szerokość połówkowa impulsu laserowego po przebyciu 9 m odcinka HCPBF wyniosła $\tau_{HCPBF} \approx (190\pm 2)$ fs (rys. 8.5a), podczas gdy ten sam impuls, po przejściu jedynie przez sprzegacz GI-MMF o całkowitej długości ~65 cm (po 30 cm na każde z ramion RP oraz RD, oraz ok. 5 cm długości rejonu sprzegania), miał szerokość $\tau_{GI-MMF} \approx (336\pm 2)$ fs (rys. 8.5b). Połączenie włókna HCPBF ze sprzegaczem GI-MMF spowodowało redukcję szerokości impulsu o ok. 86 fs ($\tau_{HCPBF+GI-MMF} \approx (250\pm 2)$ fs, rys. 8.5c), co wprost odpowiada całkowitej spodziewanej dyspersji 9 m włókna HCPBF, potwierdzając fakt jej anomalności i możliwość zastosowania w/w włókna do kompensacji dyspersji światłowodów konwencjonalnych dla $\lambda = 780$ nm. Dodatkowo, na rys. 8.5d przedstawiono funkcję ACF impulsu laserowego po przejściu przez zespawany układ HCPBF+GI-MMF. Pomiar ten został wykonany ze względu na uprzednio wspomniane w sekcji 7.1 problemy związane z mechaniką spawania światłowodów HCPBF i GI-MMF w niższych temperaturach. Impuls w już zespawanym układzie HCPBF+GI-MMF uległ poszerzeniu o ok. 5 fs w stosunku do układu bez spawu ($\tau_{HCPBF+GI-MMF_s} \approx (255\pm 2)$ fs), przez co w przypadku prezentowanego układu można uznać spawanie jako procedurę nie mającą znaczącego wpływu na szerokość połówkową oraz kształt profilu czasowego transmitowanego impulsu. Błąd pomiarowy w przypadku tej części eksperymentu, oprócz rozdzielczości samego autokorelatora wynoszącej $\Delta \tau = \pm 2$ fs, był związany głównie z zagadnieniem niejednorodnego pobudzenia modów w rdzeniu GI-MMF w wyniku wspomnianych w sekcji 8.2 problemów związanych z mechaniką spawania włókien HCPBF i GI-MMF. Problem ten nie został tutaj dokładnie przestudiowany, jednakowoż, jak zostało pokazane na rysunkach 8.5c i 8.5d, efekt miał znikomy wpływ na końcową szerokość impulsu. Należy dodać, że obecność dwóch obiektywów mikroskopowych w układzie również będzie wpływać na całkowite poszerzenie impulsu, jednak nie powinno ono wynosić więcej, niż kilka fs, dlatego też zostało ono pominiete. Przydatność prezentowanego układu czujnikowego do celów pobudzenia oraz detekcji fluorescencji wielofotonowej została przetestowana na wodnym roztworze fluoresceiny. Zebrane widmo emisyjne, zarejestrowane za pomocą spektrometru USB, przedstawiono na rysunku 8.6. Średnia moc wiązki, za pomocą której wzbudzano fluorescencję, wyniosła 20 mW. Na rysunku można zaobserwować dwa piki – jeden w zakresie spektralnym 760-800 nm, pochodzący od nieodfiltrowanego sygnału laserowego, oraz drugi, w zakresie od 480 do 580 nm, będący widmem emisji fluoresceiny. Poprawność przedstawionego wyniku została zweryfikowana poprzez porównanie z danymi literaturowymi [46]. Wysoki poziom sygnału laserowego jest wynikiem zarówno słabej izolacji sprzęgacza, jak i rozproszenia wstecznego przez próbkę. Mimo to, interesującym jest fakt prostoty oraz minimalnych rozmiarów prezentowanego układu czujnika światłowodowego. Powyższe rozwiązanie pokazuje możliwość tworzenia modularnych i trwałych urządzeń światłowodowych, nie wymagających skomplikowanej optyki objętościowej, i dających nadzieję na zastosowanie ich do celów detekcji chemicznej, biologicznej czy medycznej.



Rysunek 8.6. Widmo sygnału TPEF fluoresceiny. Pik emisyjny, pokazany na wykresie wewnętrznym, wykazuje maksimum natężenia dla długości fali 518 nm. Rozproszony wstecznie sygnał laserowy, widoczny dla zakresu długości fali 760-790 nm, wykracza poza skalę natężenia, jednak nie wysyca on detektora spektrometru, a przez to nie ma wpływu na wiarygodność pomiaru samej fluorescencji.

8.5. Podsumowanie wyników

W powyższym rozdziale zaprezentowano połączenie HCPBF oraz standardowego sprzęgacza telekomunikacyjnego typu Y (1x2), opartego o światłowód typu GI-MM, wraz z jego potencjalnym zastosowaniem do celów spektroskopii TPEF. Połączenia HCPBF oraz sprzęgacza GI-MMF dokonano za pomocą konwencjonalnej, dwuelektrodowej spawarki światłowodowej. Dobrane parametry spawania zapewniają tworzenie połączeń pomiędzy w/w światłowodami o niskich tłumiennościach (0.32±0.1 dB) oraz dobrej wytrzymałości na zginanie ($r_g \leq 1.8$ cm). W efekcie pokazano możliwość łączenia HCPBF oraz konwencjonalnych włókien GI-MMF w sposób prosty, powtarzalny, i nie wymagający skomplikowanych i drogich urządzeń, takich jak spawarki żarnikowe czy wykorzystujące laser CO_2 . Wykorzystując fakt anomalności dyspersji światłowodu HCPBF, jak i skracając całkowitą długość ramion sprzęgacza, udało się ograniczyć rozmycie czasowe ultrakrótkich impulsów laserowych propagujących w układzie do ok. 125 fs (ze 130 fs na wejściu układu do 255 fs na jego wyjściu), co jest wartością wystarczająco niską, aby móc szukać zastosowań prezentowanego układu w metodach optyki nieliniowej. Ostatnie stwierdzenie zostało udowodnione w prostym eksperymencie polegającym na wzbudzeniu oraz detekcji sygnału fluorescencji dwu-fotonowej w wodnym roztworze fluoresceiny o stężeniu $C_{fluo} \approx 10 \,\mu\text{M}$. Rozmiar czujnika był ograniczony do rozmiaru pojedynczego włókna światłowodowego – jego głowicą pomiarową był port wspólny wykorzystanego sprzęgacza GI-MMF. Na końcu ramienia pomiarowego sprzęgacza wytworzono, również za pomocą wspomnianej wcześniej spawarki światłowodowej, mikrosoczewkę, której wartość ogniskowej czołowej wyniosła WD \approx 180 µm, przy zbliżonym do gaussowskiego profilu przestrzennym wiązki wyjściowej. Obecność soczewki pozwoliła skupić wiązkę pobudzającą, co z kolei pozytywnie wpłynęło wydajność zarówno wzbudzenia, jak i detekcji fluorescencji. Należy tutaj zauważyć, że zaprezentowany układ nie był rozwiązaniem optymalnym - jego najsłabszym punktem było zastosowanie sprzęgacza telekomunikacyjnego GI-MMF, którego zakres długości fali (850 oraz 1310 nm) jest zgoła inny od tego, który był istotny z punktu widzenia eksperymentu (400-800 nm). Sprzegacze światłowodowe na zakres widzialny są jednak obecnie łatwo dostępne komercyjnie, a same zaprezentowane procedury badawcze oraz technologiczne mają charakter uniwersalny, co czyni proponowane rozwiązanie elastycznym i łatwym do modyfikacji, w zależności od potrzeb eksperymentatora.

9. Podsumowanie pracy

W powyższej pracy podjęto się próby określenia możliwości zastosowania włókien mikrostrukturalnych o pustym rdzeniu jako światłowodowych czujników optycznych zjawisk nieliniowych, które mają szansę znaleźć szersze zastosowanie w biologii i medycynie. Pierwsza część pracy jest wprowadzeniem czytelnika w tematykę optycznych zjawisk nieliniowych i ich obecnego wykorzystania w naukach o życiu, ze szczególnym uwzględnieniem techniki znanej jako mikroskopia wielofotonowa, która często pozwala na obrazowanie w oparciu o 3 zjawiska nieliniowe - TPEF, SHG czy CARS. Zwrócono uwagę na nieliniową zależność wydajności TPEF, SHG oraz CARS od natężenia sygnału pobudzającego, która wymaga wysokiej koncentracji mocy pobudzającej zarówno czasowo, jak i przestrzennie. Wymagania te stały się kluczowymi dla tematu powyższej dysertacji problemami, i w połączeniu z chęcią stworzenia układu o możliwie małym stopniu skomplikowania spowodowały zainteresowanie się włóknami mikrostrukturalnymi o pustym rdzeniu. Dalsza część wprowadzenia pokazuje rozwój technologii włókien mikrostrukturalnych oraz wprowadza swoisty podział włókien o pustym rdzeniu - wyróżnia tzw. HCPBF (włókna wykorzystujące efekt fotonicznej przerwy wzbronionej) oraz HCARF (włókna wykorzystujące zjawisko odbicia antyrezonansowego). Mocno zaakcentowany został potencjał tego drugiego rodzaju światłowodów, które jako nowy materiał wykazują bardzo interesujące własności optyczne – szerokie pasma transmisyjne oraz bardzo niskie wartości współczynnika dyspersji w całej szerokości spektralnej ich pasm. Następnie przedstawiono fizyczne podstawy dwóch zjawisk – dyspersji prędkości grupowej oraz samomodulacji fazy, wynikającej z efektu Kerra. Zjawiska te przyczyniają się do zniekształcenia profilu czasowego i spektralnego propagujących w światłowodach wiązek impulsowych o wysokich energiach, co z kolei skutecznie utrudnia tworzenie światłowodowych układów do metod nieliniowych, znacznie redukując ich wydajność. Ostatnią częścią wprowadzenia było pokazanie aktualnego stanu wiedzy na temat wykorzystania włókien mikrostrukturalnych w różnego rodzaju układach służących do badań biologicznych, głównie mikroskopii czy spektroskopii nieliniowej. Przedstawiono sposoby redukowania dyspersji sygnału w światłowodach oparte o układy kompensujące, oraz, co najważniejsze, pokazano dotychczasowe osiągnięcia W dziedzinie czujników światłowodowych do zastosowań w medycynie i biologii. W oddzielnej sekcji pokazano przykłady konstrukcji wykorzystujących HCPBF oraz HCARF, wyszczególniając ich zalety, jak również i wady, związane w przypadku HCPBF z ograniczoną szerokością ich pasm transmisyjnych, a w przypadku HCARF ze słabą dostępnością tych włókien oraz istotnymi problemami związanymi z łączeniem ich z innymi elementami światłowodowymi. Zwrócono uwagę na powszechne wykorzystanie elementów optyki objętościowej, które mogą mieć negatywny wpływ na wydajność tego typu urządzeń ze względu na większa podatność na efekty mechaniczne, takie jak drgania itp. W efekcie uzasadniono cel powyższej dysertacji – wykonanie całkowicie światłowodowego układu czujnikowego o minimalnych rozmiarach do zastosowań spektroskopowych i biomedycznych.

W drugiej części pracy dyplomant podjął zadanie zrealizowania postawionego w niniejszej pracy celu zarówno poprzez prezentację kolejnych wersji światłowodowych czujników nieliniowych zjawisk optycznych, jak i poprzez symulację numeryczną HCARF o strukturze typu Kagomé. Symulacje dotyczyły właściwości optycznych HCARF i ich podatności na proste modyfikacje struktury. Poprzez usunięcie niektórych kapilar tworzących mikrostrukturę, będących w bezpośrednim sąsiedztwie rdzenia, udało się zredukować tłumienie struktury blisko 20-krotnie, z ok. 10 dB/m do ok. 0.5 dB/m przy długości fali $\lambda = 850$ nm. Właściwości optyczne modelowanej struktury były niewrażliwe na zmianę materiału z SiO₂ na szkło akrylowe, co może sugerować z kolei zasadność wykonywania w przyszłości HCARF z materiałów polimerowych, które są wykorzystywane w technologii druku 3D.

Pierwsza wersja czujnika światłowodowego opartego o włókna o pustym rdzeniu została zaprezentowana w następnej części pracy. Głowica, która niejako łączyła włókna mikrostrukturalne o pustym rdzeniu oraz plastikowe włókna o dużych aperturach, miała rozmiar 10 mm i pozwalała na wymianę włókien HCPBF oraz HCARF. Dzięki temu możliwym było zbadanie potencjału obydwóch tych włókien w jednym układzie pomiarowym. Głowica wykorzystywała soczewkę typu GRIN w celu skupienia wiązki femtosekundowej. HCARF/HCPBF były wykorzystywane jedynie do celów transmisji w/w wiązki. Odbiór sygnału pobudzenia TPEF zapewniły plastikowe włókna wielomodowe o dużej aperturze, które dodatkowo zeszlifowano w celu zwiększenia ich zdolności zbierającej. W tym prostym układzie udało się zebrać sygnał TPEF endogennych fluoroforów - NADH oraz FAD oraz pokazać, że dla lepszej wydajności wzbudzania zjawisk nieliniowych za pomocą tego typu układów istotna jest zarówno transmisja impulsów femtosekundowych z niskimi zniekształceniami czasowymi na skutek efektów dyspersyjnych, jak i odpowiednia długość fali. Układ jednak był daleki od rozwiązania optymalnego - jego największym problemem była niska wydajność zbierania sygnału fluorescencji, spowodowana z kolei dużą średnicą soczewki GRIN. Powodowało to znaczące odsunięcie od siebie osi optycznych sygnału pobudzenia oraz zbierania sygnału emisji, przez co nawet po zeszlifowaniu włókien zbierających z PMMA

uzyskanie sygnałów na miniaturowym spektrometrze wymagało znaczących (powyżej 10 s) czasów integracji spektrometru. Dodatkowo, sygnał był mocno zanieczyszczony odbitym od ścianek szklanej kuwety światłem lasera pobudzającego, które było trudne do odfiltrowania i mogłoby uniemożliwiać np. badania dynamicznych cech TPEF, takich jak czas życia fluorescencji. Dodatkowo, czujnik o średnicy 10 mm jest zbyt duży, aby móc wykorzystywać go w nieinwazyjnych badaniach *in vivo*. Rozwiązaniem obydwóch powyższych problemów jest przybliżenie do siebie osi optycznych pobudzenia i detekcji TPEF, czego można dokonać wykorzystując element skupiający o mniejszej średnicy.

Jako kontynuację powyższych badań zaproponowano czujnik fluorescencji oparty o pojedynczy HCARF, który był jednocześnie włóknem pobudzającym, jak i detekcyjnym, co było możliwe dzięki unikalnym właściwościom transmisyjnym tego światłowodu. Wykorzystując dwa jego okna transmisyjne w zakresie widzialnym - jedno na granicy VIS-NIR ((680-784) nm), nazwane W₃, oraz drugie, w rejonie koloru zielonego ((510-552) nm), nazwane W2, udało się wzbudzić oraz odebrać sygnał TPEF wodnych roztworów fluoresceiny oraz FAD, których widma emisyjne pokrywają się z oknem W₂ wykorzystanego HCARF. Mikrosoczewkę wykonano poprzez ukształtowanie końcówki komercyjnie dostępnego włókna MM za pomocą elektrodowej spawarki światłowodowej. Udało się w ten sposób otrzymać światłowodowy czujnik TPEF o rozmiarze pojedynczego włókna, a fakt wykorzystania HCARF spowodował, że układ posiadał doskonałe parametry dyspersyjne - całkowite poszerzenie impulsu lasera o szerokości $\tau = 160$ fs wyniosło zaledwie 9 fs, dzięki czemu uniknięto konieczności użycia układów kompensujących dyspersję. Przedstawiony czujnik wykazywał dużo lepszą wydajność – podobne natężenia widm emisyjnych badanych próbek uzyskiwano po czasie ok. 5s, przy 10-cio krotnie niższych stężeniach oraz niższej o 10 mW mocy pobudzającej (60 mW zamiast 70 mW) w stosunku do poprzedniej konstrukcji. Układ jednak posiadał jedną kluczową wadę - nie było trwałego połączenia pomiędzy HCARF a odcinkiem włókna MM z mikrosoczewką, przez co jego kompaktowość nie mogła zostać w pełni wykorzystana. Dodatkowo, w układzie wciąż były obecne elementy optyki objętościowej, m.in. zwierciadło dichroiczne, co nie zgadzało się z celem dysertacji. Nie został też dobrze zaadresowany problem przesunięcia ogniska przedstawionej mikrosoczewki wraz ze zmianą długości fali, jak również i optymalizacji sprzężenia pomiędzy włóknami HCARF oraz MM, które pomimo podobnych rozmiarów rdzenia (kolejno, 21 µm oraz 25 µm) różnią się wartościami apertur numerycznych. Przedstawione problemy wymagać będą dalszych badań, jako że mogą mieć kluczowe znaczenie przy realizacji eksperymentów związanych nie tylko z diagnostyką punktową, ale również i obrazowaniem.

Problem efektywnego łączenia włókien mikrostrukturalnych o pustym rdzeniu z konwencjonalnymi światłowodami został zaadresowany w ostatnim z rozdziałów pracy. Zaprezentowano tam urządzenie będące połączeniem HCPBF oraz konwencjonalnego sprzegacza światłowodowego, wykonanego z włókna GI-MM; układ ten wykorzystano do celu spektroskopii TPEF wodnego roztworu fluoresceiny. Wykorzystując wiedzę z poprzednich eksperymentów, końcówkę detekcyjną sprzęgacza zakończono mikrosoczewką wykonaną za pomocą elektrodowej spawarki światłowodowej, co pozytywnie wpłynęło na zdolność skupiającą i pozwoliło poprawić wydajność wzbudzenia TPEF. Parametry dyspersyjne elementów pracujących w układzie, tj. włókna GI-MM oraz HCPBF wzajemnie się niwelowały, przez co udało się również ograniczyć całkowite poszerzenie dyspersyjne propagujących impulsów femtosekundowych o blisko 100 fs. Podobnie jak w poprzednim detekcyjna układu eksperymencie, część miała rozmiar pojedynczego włókna światłowodowego, zachowując w ten sposób założenia niniejszej pracy. Optymalizacja przedstawionego rozwiązania powinna się rozpocząć od zastosowania dedykowanych do zakresu widzialnego długości fali sprzęgaczy, które poprawiłyby wydajność całego układu.

W podsumowaniu niniejszej pracy zawarto kilka problemów, których rozwiązanie może stać się przyszłym kierunkiem badań z wykorzystaniem przedstawionych układów czujnikowych. Optymalizacja zaprezentowanych czujników związana jest przede wszystkim z zastosowaniem lepszych, bardziej dedykowanych dla danych długości fali elementów optycznych (soczewki, sprzegacze), jak również i lepszym poznaniem możliwości tworzenia trwałych połączeń pomiędzy HCARF a innymi elementami światłowodowymi. Ten ostatni punkt jest interesujący nie tylko z punktu widzenia technologii wydajnego łączenia HCARF z innymi włóknami, ale również i teorii sprzęgania modów HCARF i drugiego włókna na granicy takich połączeń. Warto tutaj również zauważyć, że HCARF niejako odpowiadają na obecny trend w fotonice, jakim jest podążanie badaczy w kierunku długości fal z zakresu MIR. Zakres tych długości fal jest interesujący zarówno z punktu widzenia medycyny (charakterystyczne pasma wibracyjne różnych związków organicznych – lipidów, białek itp.) czy telekomunikacji (atmosferyczne okna transmisyjne w zakresie 3-5 μm oraz 8-13 μm) [272], jak również i przemysłu (obrazowanie materiałów silnie rozpraszających krótsze długości fali) [273] jednak ze względu na brak odpowiednich detektorów i źródeł światła, wciąż jeszcze niezbyt dobrze poznany. Przygotowanie w przyszłości układu obrazującego układy

biologiczne, opartego o HCARF pracujące w zakresie MIR, mogłoby być bardzo interesującym rozwinięciem tez i zadań niniejszego doktoratu, o dużym potencjale aplikacyjnym.

10. Spis ilustracji

Rysunek 2.1 Zjawiska OPEF oraz TPEF przedstawione za pomocą diagramu Jabłońskiego.15
Rysunek 2.2 (a) Ilustracja pokazująca różnice pomiędzy fluorescencją wzbudzoną w sposób
liniowy (OPEF) oraz nieliniowy (TPEF)17
Rysunek 2.3 (a,b) Geometria zjawiska SHG
Rysunek 2.4 (a,b) Schemat zjawiska CARS
Rysunek 2.5 Schemat układu do wielofunkcyjnej mikroskopii wielofotonowej22
Rysunek 2.6 Zdjęcie komórki naczynia krwionośnego tkanki nerkowej wykonane za pomocą
samodzielnie zbudowanego układu do mikroskopii wielofotonowej
Rysunek 2.7 (a,b) Obraz SHG zdrowej oraz nowotworowo zmienionej tkanki jajnika25
Rysunek 3.1 Podział włókien mikrostrukturalnych
Rysunek 3.2 Podział włókien mikrostrukturalnych o pustym rdzeniu
Rysunek 3.3 (a,b) Rysunek struktury światłowodowej typu HCPBF oraz zależność
dyspersyjna ω(β) włókna typu HCPBF
Rysunek 3.4 Schematyczna reprezentacja włókna o naprzemiennie ułożonych warstwach
o różnych współczynnikach załamania
Rysunek 3.5 (a,b) Schematyczna reprezentacja modelu ARROW40
Rysunek 4.1 (a,b) Układy optyczne wykorzystujące światłowody do celów pobudzenia
i detekcji sygnałów optycznych w próbkach biologicznych45
Rysunek 4.2 Przykłady realizacji światlowodowych układów detekcji fluorescencji oraz
obrazowania fluorescencyjnego45
Rysunek 4.3 Zależność $\beta_2(\lambda)$ dla dwóch różnych PCF
Rysunek 4.4 Schemat układu typu GRISM służącego do pre-kompensacji dyspersji prędkości
grupowej wprowadzonej przez włókno SM51
Rysunek 4.5 (a,b) Schemat oraz zdjęcie miniaturowego endoskopu dwufotonowego opartego
o światłowód DC (DCF), mini-soczewkę GRIN oraz cylindryczny skaner piezo-elektryczny
(PZT)
Rysunek 4.6 Zdjęcie głowicy miniaturowego układu do NLOM
Rysunek 4.7 (a-d) Różne rodzaje głowic optycznych służących do MPM i wykorzystujących
HCPBF
Rysunek 4.8 Schemat optyczny mikroskopu CARS oraz SRS bazującego na włóknie
DC-HCPBF

Rysunek 4.9 (a) Schemat układu pobudzenia-detekcji fluorescencji za pomocą włókna HCARF
oraz mikrosfery. (b) Zdjęcie przekroju poprzecznego włókna SRC-HCARF z wsuniętą w rdzeń
mikrosferą wykonaną ze szkła BTG59
Rysunek 4.10 Schemat układu endoskopu NLOM opartego o włókno DC-HCARF60
Rysunek 5.1 (a-d) Zamodelowane struktury Kagomé HCARF65
Rysunek 5.2 Straty struktur typu 7-cell oraz star, wykorzystujących jako materiał symulacyjny
SiO ₂ (a) lub PMMA (b)
Rysunek 5.3 Porównanie widma strat struktury star symulowanej na SiO ₂ oraz PMMA67
Rysunek 5.4 Porównanie strat falowodowych SF oraz strat całkowitych (straty falowodowych
SF + strat związanych z absorpcją materiału SM) struktury star68
Rysunek 5.5 (a) Zależność ułamka mocy modu rdzeniowego propagującego w strukturze
włókna od długości fali – $\eta(\lambda)$ (b) Obliczone efektywne pola modu podstawowego dla struktury
7-cell oraz star
Rysunek 5.6 Zależność $D(\lambda)$ dla struktury typu star wykonanej z SiO ₂ lub PMMA70
Rysunek 5.7 Struktura star (po lewej) oraz jej przybliżenie w postaci struktury składającej się
z 3-ech szklanych pierścieni (po prawej)73
Rysunek 5.8 Charakterystyka $SF(\lambda)$ dla struktury jedno- (1P) dwu- (2P) oraz trójpierścieniowej
(3P)73
Rysunek 6.1 (a,b) Przekroje poprzeczne światłowodów HC ukazujące ich struktury76
Rysunek 6.2 (a) Przekrój głowicy w widoku izometrycznym oraz (b) zdjęcie powierzchni
detekcyjnej (czoła) wykonanej głowicy77
Rysunek 6.3 (a,b) Schematyczna reprezentacja zdolności zbierającej przygotowanego czujnika
Rysunek 6.4 Schemat układu optycznego do pomiarów fluorescencji oraz funkcji
autokorelacji
Rysunek 6.5 Funkcje autokorelacji impulsów laserowych propagujących w światlowodzie typu
HCPBF (HCPBF, zielony), HCARF (HCARF, niebieski) oraz w wolnej przestrzeni (Laser,
czerwony)
Rysunek 6.6 Widmo emisyjne fluoresceiny ($C_{fluo} = 10^{-5}M$) pobudzonej sygnałem o długości
fali $\lambda = 730$ nm
Rysunek 6.7 Widma emisyjne (a) NADH oraz (b) FAD, pobudzonych za pomocą dwóch
różnych długości fali, transmitowanych przez odpowiadające im światłowody HCPBF
(zielony) oraz HCARF (czerwony)

11. Wykaz skrótów

Skrót	Rozwinięcie polskie	Rozwinięcie angielskie
ARROW	Falowód Optyczny Wykorzystujący Zjawisko Odbicia Antyrezonansowego	Anti-Resonant Reflecting Optical Waveguide
ACF	Funkcja Autokorelacji	Autocorrelation Function
APD	Fotodioda Lawinowa	Avalanche Photodiode
BIC	Stany Związane w Obszarze Continuum	Bound States in Continuum
BTG	Szkło Barowo-Tytanowe	Barium-Titanite Glass
CARS	Koherentne Antystokesowskie Rozpraszanie Ramana	Coherent Antistokes Raman Scattering
CCD	Matryca CCD	Charge Coupled Device
CW	Pracy Ciągłej (laser)	Continous Waveform
DC	Podwójny Płaszcz	Double Cladding
DCPCF	Światłowód Fotoniczny z Podwójnym Płaszczem	Double Cladding Photonic Crystal Fiber
DLCF	Światłowód z Podwójną Stałą Siatki	Double Lattice Constant Fiber
DOPS	Gęstość Stanów Fotonicznych	Density of Photonic States
ECM	Macierz Zewnątrzkomórkowa	Extracellular Matrix
EDFA	Wzmacniacz Światłowodowy Domieszkowany Erbem	Erbium Doped Fiber Amplifier
EM	Elektromagnetyczne (pole lub fala)	Electromagnetic
ESM	Światłowód Nieskończenie Jednomodowy	Endlessly Single Mode Fiber
ESP	Elektronowy Stan Podstawowy	Electronic Ground State
ESW	Elektronowy Stan Wzbudzony	Electronic Excited State
FAD	Dinukleotyd Flawinoadeninowy	Flavin Adenine Dinucleotide
FOV	Pole Widzenia	Field of View
FSCW	Fale Kapilarowe	Frozen Solid Capillary Waves
GI-MMF	Światłowód Wielomodowy o Gradientowym Współczynniku Załamania	Graded Index Multi Mode Fiber
GRIN	Gradientowy Współczynnik Załamania	Graded Index
GVD	Dyspersja Prędkości Grupowej	Group Velocity Dispersion

НС	Pusty Rdzeń	Hollow Core
HCARF	Światłowód Antyrezonansowy z Pustym Rdzeniem	Hollow Core Anti-Resonant Fiber
HCMOF	Światłowód Mikrostrukturalny z Pustym Rdzeniem	Hollow Core Microstructured Optical Fiber
HCPBF	Swiatłowód z Pustym Rdzeniem Wykorzystujący Zjawisko Fotonicznej Przerwy Wzbronionej	Hollow Core Photonic Bandgap Fiber
Hi-Bi	Światłowód Mikrostrukturalny o Wysokiej Dwójłomności	Highly-Birefringent Microstructured Optical Fiber
HNLF	Światłowód o Wysokiej Nieliniowości	Highly Non-Linear Fiber
HPMT	Detektor Hybrydowy	Hybrid Photo-Multiplier Tube
IC	Utrudnione Sprzęganie	Inhibited Coupling
ICCD	Matryca CCD ze Wzmocnieniem	Intensified Charge Coupled Device
ICG	Zieleń Indocyjaninowa	Indocyanine Green
IL	Straty Wtrąceniowe	Insertion Loss
IS	Prędkość Obrazowania	Imaging Speed
JS	Jednostka Skanująca	Scanning Unit
KSM	Końcówka Światłowodowa z Mikrosoczewką	Microlensed Fiber Tip
LMA	Swiatłowód Mikrostrukturalny o Dużej Powierzchni Modu	Large Mode Area Fiber
LO	Linia Opóźniająca	Delay Line
MDM	_	Mode Division Multiplexing
MEMS	Mikrosystem Elektromechaniczny	Micro-Electro-Mechanical System
MIR	Średnia Podczerwień	Mid Infrared
MOF	Światłowód Mikrostrukturalny	Microstructured Optical Fiber
MM(F)	Wielomodowy (światłowód)	Multi Mode (Fiber)
mPOF	Plastikowy Światłowód Mikrostrukturalny	Microstructured Plastic Optical Fiber
MPM	Mikroskopia Wielofotonowa	Multiphoton Microscopy
MTIR/MSI	Zmodyfikowane Całkowite Wewnętrzne Odbicie	Modified Total Internal Reflection/Modified Step Index
NADH	Dinukleotyd Nikotynoamidoadeninowy (forma zredukowana)	Nicotinamide Adenine Dinucleotide (reduced form)
NC	Ujemna Krzywizna (dot. rdzenia włókien HCARF)	Negative Curvature

NIR	Bliska Podczerwień	Near Infrared
NI OM	Optyczne Metody	Non-Linear Optical
INLOM	Nieliniowe	Methods
OM	Obiektyw Mikroskopowy	Microscope Objective
OPEF	Fluorescencja Wzbudzana	One-Photon Excited
	Jednofotonowo	Fluorescence
000	Optyczny Oscylator	Optical Parametric
010	Parametryczny	Oscillator
ORR	-	Optical Redox Ratio
ОСТ	Optyczna Tomografia	Optical Coherence
001	Koherencyjna	Tomography
DRC	Fotoniczna Przerwa	Photonic Pand Can
FDO	Wzbroniona	Photonic Band Gap
PMMA	Poli(Metakrylan Metylu)	Poly(Methyl Methacrylate)
PMT	Fotopowielacz	Photomultiplier Tube
PSW	Pośredni Stan Wirtualny	Virtual State
RD	Ramię Detekcyjne	Detection Arm
DMGE	Pierwiastek Błędu	
RMSE	Średniokwadratowego	Root Mean Square Error
RP	Ramię Pobudzające	Excitation Arm
DIV		Vibrational Energy
RW	Relaksacja Wibracyjna	Relaxation
	Rdzeń Pełny, Materiałowy	
SC	(dot. światłowodów)	Solid Core
SF	Straty Falowodowe	Confinement Loss
	Generacja Częstotliwości	
SFG	Sumacyjnej	Sum Frequency Generation
<u>auc</u>	Generacja Drugiej	Second Harmonic
SHG	Harmonicznej	Generation
SL	Tłumienie Spawu	Splice Loss
SM(F)	Jednomodowy (światłowód)	Single Mode (Fiber)
SPM	Samomodulacja Fazy	Selph-Phase Modulation
	Płaszcz w Postaci	1
CD C	Pojedynczego Rzędu	
SRC	Kapilar	Single-Ring Cladding
	(dot. HCARF)	
SDS	Wymuszone Rozpraszanie	Stimulated Raman
585	Ramana	Scattering
		Tumor Assisted Collagen
IACS-3	-	Signature-3
TUC	Generacja Trzeciej	
IHG	Harmonicznej	Third Harmonic Generation
ThPEF	Fluorescencja Wzbudzana	Three-Photon Excited
	Trójfotonowo	Fluorescence
Ti:Sa	Tytan:Szafir	Titanium:Sapphire
TME	Mikro-otoczenie Guza	Turnen Miene er in er i
	Nowotworowego	i umor Microenvironment
TOD	Dyspersja Trzeciego Rzędu	Third-Order Dispersion
ТРА	Absorpcja Dwufotonowa	Two-Photon Absorption

	Fluorescencia Wzbudzana	Two-Photon Excited
TPEF	Dwufotonowo	Fluorescence
TTB		1,3,5-Tricyano-2,4,6-Tris(P
	-	Diethyl
		Aminostyryl)Benzene
WD	Ogniskowa Czołowa	Working Distance

12. Bibliografia

1. F. P. Kapron, D. B. Keck oraz R. D. Maurer, "RADIATION LOSSES IN GLASS OPTICAL WAVEGUIDES," Applied Physics Letters **17**, 423-425 (1970).

2. C. R. Pollock, Fundamentals of Optoelectronics (Irwin, 1995).

3. B. Lee, "Review of the present status of optical fiber sensors," Optical Fiber Technology **9**, 57-79 (2003).

4. K. L. Brogan oraz D. R. Walt, "Optical fiber-based sensors: application to chemical biology," Current Opinion in Chemical Biology **9**, 494-500 (2005).

5. M. El-Sherif, L. Bansal oraz J. Yuan, "Fiber Optic Sensors For Detection of Toxic and Biological Threats," Sensors (Basel, Switzerland) **7**, 3100-3118 (2007).

6. J. C. Knight, T. A. Birks, P. S. J. Russell oraz D. M. Atkin, "All-silica single-mode optical fiber with photonic crystal cladding," Optics Letters **21**, 1547-1549 (1996).

7. H. Stawska, M. Popenda oraz E. Bereś-Pawlik, "Anti-Resonant Hollow Core Fibers with Modified Shape of the Core for the Better Optical Performance in the Visible Spectral Region—A Numerical Study," Polymers **10**, 899 (2018).

8. M. A. Popenda, H. I. Stawska, L. M. Mazur, K. Jakubowski, A. Kosolapov, A. Kolyadin oraz E. Bereś-Pawlik, "Application of Negative Curvature Hollow-Core Fiber in an Optical Fiber Sensor Setup for Multiphoton Spectroscopy," Sensors **17**, 2278 (2017).

9. M. A. Popenda, H. I. Stawska, M. Syperek, A. F. Kosolapov, A. N. Kolyadin oraz E. Bereś-Pawlik, "Multiphoton fluorescence excitation and detection with a single negative curvature hollow core fibre," Laser Physics Letters **16**, 015103 (2019).

10. H. I. Stawska, M. A. Popenda oraz E. Bereś-Pawlik, "Combining Hollow Core Photonic Crystal Fibers with Multimode, Solid Core Fiber Couplers through Arc Fusion Splicing for the Miniaturization of Nonlinear Spectroscopy Sensing Devices," Fibers **6**, 77 (2018).

11. R. W. Boyd, "Chapter 1 - The Nonlinear Optical Susceptibility," w *Nonlinear Optics (Third Edition)*, R. W. Boyd, ed. (Academic Press, 2008), pp. 1-67.

12. K. Guesmi, L. Abdeladim, S. Tozer, P. Mahou, T. Kumamoto, K. Jurkus, P. Rigaud, K. Loulier, N. Dray, P. Georges, M. Hanna, J. Livet, W. Supatto, E. Beaurepaire oraz F. Druon, "Dual-color deeptissue three-photon microscopy with a multiband infrared laser," Light: Science & Applications **7**, 12 (2018).

13. C. Rodríguez, Y. Liang, R. Lu oraz N. Ji, "Three-photon fluorescence microscopy with an axially elongated Bessel focus," Optics Letters **43**, 1914-1917 (2018).

14. N. V. Kuzmin, P. Wesseling, P. C. d. W. Hamer, D. P. Noske, G. D. Galgano, H. D. Mansvelder, J. C. Baayen oraz M. L. Groot, "Third harmonic generation imaging for fast, label-free pathology of human brain tumors," Biomed. Opt. Express **7**, 1889-1904 (2016).

15. P.-C. Wu, T.-Y. Hsieh, Z.-U. Tsai oraz T.-M. Liu, "In vivo Quantification of the Structural Changes of Collagens in a Melanoma Microenvironment with Second and Third Harmonic Generation Microscopy," Scientific Reports **5**, 8879 (2015).

16. W. Denk, J. H. Strickler oraz W. W. Webb, "Two-photon laser scanning fluorescence microscopy," Science **248**, 73 (1990).

17. F. Helmchen oraz W. Denk, "Deep tissue two-photon microscopy," Nature Methods **2**, 932-940 (2005).

18. J. R. Lakowicz, "Multiphoton Excitation and Microscopy," w *Principles of Fluorescence Spectroscopy*, J. R. Lakowicz, ed. (Springer US, 2006), pp. 607-621.

19. C. Lefort, "A review of biomedical multiphoton microscopy and its laser sources," Journal of Physics D: Applied Physics **50**, 423001 (2017).

20. P. H. P.T.C. So, C.Y.Dong oraz Barry R. Masters, "Two-Photon Excitation Fluorescence Microscopy," w *Biomedical Photonics Handbook: Fundamentals, Devices, and Techniques*, T. Vo-Dinh, ed. (CRC Press, 2014), pp. 417-434.

21. J. R. Lakowicz, "Introduction to Fluorescence," w *Principles of Fluorescence Spectroscopy*, J. R. Lakowicz, ed. (Springer US, 2006), pp. 1-26.

22. J. R. Lakowicz, "Fluorophores," w *Principles of Fluorescence Spectroscopy, Third Edition*, J. R. Lakowicz, ed. (Springer US, 2006), pp. 63-95.

23. A. Ustione oraz D. W. Piston, "A simple introduction to multiphoton microscopy," Journal of Microscopy **243**, 221-226 (2011).

24. P. J. Campagnola, "Second Harmonic Generation Imaging Microscopy of Structural Protein Arrays in Tissue," w *Handbook of Biomedical Nonlinear Optical Microscopy*, B. R. Masters orazP. T. C. So, eds. (Oxford University Press, 2008), pp. 377-411.

25. A. Lombardini, "Nonlinear optical endoscopy with micro-structured photonic crystal fibers.," (praca doktorska, Institut Fresnel, Aix Marseille Université, Marsylia, Francja, 2016)

26. P. J. Campagnola oraz L. M. Loew, "Second-harmonic imaging microscopy for visualizing biomolecular arrays in cells, tissues and organisms," Nature Biotechnology **21**, 1356-1360 (2003).

27. R. Cicchi, L. Sacconi oraz F. Pavone, "Nonlinear Imaging of Tissues," w Handbook of Photonics for Biomedical Science, V. V. Tuchin, ed. (CRC Press, 2010), pp. 509-537.

28. X. Chen, O. Nadiarynkh, S. Plotnikov oraz P. J. Campagnola, "Second harmonic generation microscopy for quantitative analysis of collagen fibrillar structure," Nature Protocols **7**, 654 (2012).

29. C. Kraft oraz J. Popp, "Raman and CARS Microscopy of Cells and Tissues," w *Handbook of Photonics for Biomedical Science*, V. V. Tuchin, ed. (CRC Press, 2010), pp. 197-218.

30. E. O. Potma oraz X. S. Xie, "Theory of Spontaneous and Coherent Raman Scattering," w *Handbook of Biomedical Nonlinear Optical Microscopy*, B. R. Masters orazP. T. C. So, eds. (Oxford University Press, 2008), pp. 164-187.

31. V. Mytskaniuk, F. Bardin, H. Boukhaddaoui, H. Rigneault oraz N. Tricaud, "Implementation of a Coherent Anti-Stokes Raman Scattering (CARS) System on a Ti:Sapphire and OPO Laser Based Standard Laser Scanning Microscope," J. Vis. Exp., e54262 (2016).

32. C. H. Camp Jr oraz M. T. Cicerone, "Chemically sensitive bioimaging with coherent Raman scattering," Nature Photonics **9**, 295 (2015).

33. H. Rigneault oraz P. Berto, "Tutorial: Coherent Raman light matter interaction processes," APL Photonics **3**, 091101 (2018).

34. A. Zumbusch, G. R. Holtom oraz X. S. Xie, "Three-Dimensional Vibrational Imaging by Coherent Anti-Stokes Raman Scattering," Physical Review Letters **82**, 4142-4145 (1999).

35. T. Hellerer, A. M. K. Enejder oraz A. Zumbusch, "Spectral focusing: High spectral resolution spectroscopy with broad-bandwidth laser pulses," Applied Physics Letters **85**, 25-27 (2004).

36. Y. Shen, D. V. Voronine, A. V. Sokolov oraz M. O. Scully, "Single-beam heterodyne FAST CARS microscopy," Optics Express **24**, 21652-21662 (2016).

37. M. D. Young, J. J. Field, K. E. Sheetz, R. A. Bartels oraz J. Squier, "A pragmatic guide to multiphoton microscope design," Adv. Opt. Photon. **7**, 276-378 (2015).

38. E. E. Hoover oraz J. A. Squier, "Advances in multiphoton microscopy technology," Nature Photonics **7**, 93 (2013).

39. O. Nadiarnykh, R. B. LaComb, M. A. Brewer oraz P. J. Campagnola, "Alterations of the extracellular matrix in ovarian cancer studied by Second Harmonic Generation imaging microscopy," BMC Cancer **10**, 94-94 (2010).

40. K. Burke, P. Tang oraz E. Brown, "Second harmonic generation reveals matrix alterations during breast tumor progression," J Biomed Opt **18**, 31106-31106 (2013).

41. M. W. Conklin, J. C. Eickhoff, K. M. Riching, C. A. Pehlke, K. W. Eliceiri, P. P. Provenzano, A. Friedl oraz P. J. Keely, "Aligned Collagen Is a Prognostic Signature for Survival in Human Breast Carcinoma," The American Journal of Pathology **178**, 1221-1232 (2011).

42. M. Lee, A. Downes, Y.-Y. Chau, B. Serrels, N. Hastie, A. Elfick, V. Brunton, M. Frame oraz A. Serrels, "In vivo imaging of the tumor and its associated microenvironment using combined CARS / 2-photon microscopy," IntraVital **4**, e1055430 (2015).

43. E. Beerling, I. Oosterom, E. Voest, M. Lolkema oraz J. van Rheenen, "Intravital characterization of tumor cell migration in pancreatic cancer," IntraVital **5**, e1261773 (2016).

44. M. Turk, V. Naumenko, D. J. Mahoney oraz C. N. Jenne, "Tracking Cell Recruitment and Behavior within the Tumor Microenvironment Using Advanced Intravital Imaging Approaches," Cells **7**, 69 (2018).

45. T. T. Le, T. B. Huff oraz J.-X. Cheng, "Coherent anti-Stokes Raman scattering imaging of lipids in cancer metastasis," BMC Cancer **9**, 42 (2009).

46. C. Xu oraz W. W. Webb, "Measurement of two-photon excitation cross sections of molecular fluorophores with data from 690 to 1050 nm," J. Opt. Soc. Am. B **13**, 481-491 (1996).

47. C. Xu, W. Zipfel, J. B. Shear, R. M. Williams oraz W. W. Webb, "Multiphoton fluorescence excitation: new spectral windows for biological nonlinear microscopy," Proceedings of the National Academy of Sciences **93**, 10763 (1996).

48. S. Huang, A. A. Heikal oraz W. W. Webb, "Two-Photon Fluorescence Spectroscopy and Microscopy of NAD(P)H and Flavoprotein," Biophysical Journal **82**, 2811-2825 (2002).

49. A. Varone, J. Xylas, K. P. Quinn, D. Pouli, G. Sridharan, M. E. McLaughlin-Drubin, C. Alonzo, K. Lee, K. Münger oraz I. Georgakoudi, "Endogenous Two-Photon Fluorescence Imaging Elucidates Metabolic Changes Related to Enhanced Glycolysis and Glutamine Consumption in Precancerous Epithelial Tissues," Cancer Research **74**, 3067 (2014).

50. R. Drezek, C. Brookner, I. Pavlova, I. Boiko, A. Malpica, R. Lotan, M. Follen oraz R. Richards-Kortum, "Autofluorescence Microscopy of Fresh Cervical-Tissue Sections Reveals Alterations in Tissue Biochemistry with Dysplasia¶," Photochemistry and Photobiology **73**, 636-641 (2001).

51. S. Wu, Y. Huang, Q. Tang, Z. Li, H. Horng, J. Li, Z. Wu, Y. Chen oraz H. Li, "Quantitative evaluation of redox ratio and collagen characteristics during breast cancer chemotherapy using two-photon intrinsic imaging," Biomed. Opt. Express **9**, 1375-1388 (2018).

52. S. M. Hong, S. W. Hwang, T. Wang, C. W. Park, Y.-M. Ryu, J.-H. Jung, J. H. Shin, S.-Y. Kim, J. L. Lee, C. W. Kim, G. Yoon, K. H. Kim, S.-J. Myung oraz K. Y. Choi, "Increased nicotinamide adenine dinucleotide pool promotes colon cancer progression by suppressing reactive oxygen species level," Cancer Science **110**, 629-638 (2019).

53. F. Xia, C. Wu, D. Sinefeld, B. Li, Y. Qin oraz C. Xu, "In vivo label-free confocal imaging of the deep mouse brain with long-wavelength illumination," Biomed. Opt. Express **9**, 6545-6555 (2018).

54. S. Kretschmer, M. Pieper, G. Hüttmann, T. Bölke, B. Wollenberg, L. M. Marsh, H. Garn oraz P. König, "Autofluorescence multiphoton microscopy for visualization of tissue morphology and cellular dynamics in murine and human airways," Laboratory Investigation **96**, 918 (2016).

55. P. K. Johansson oraz P. Koelsch, "Label-free imaging of amyloids using their intrinsic linear and nonlinear optical properties," Biomed. Opt. Express **8**, 743-756 (2017).

56. E. P. Perillo, J. E. McCracken, D. C. Fernée, J. R. Goldak, F. A. Medina, D. R. Miller, H.-C. Yeh oraz A. K. Dunn, "Deep in vivo two-photon microscopy with a low cost custom built mode-locked 1060 nm fiber laser," Biomed. Opt. Express **7**, 324-334 (2016).

57. D. R. Miller, A. M. Hassan, J. W. Jarrett, F. A. Medina, E. P. Perillo, K. Hagan, S. M. Shams Kazmi, T. A. Clark, C. T. Sullender, T. A. Jones, B. V. Zemelman oraz A. K. Dunn, "In vivo multiphoton imaging of a diverse array of fluorophores to investigate deep neurovascular structure," Biomed. Opt. Express **8**, 3470-3481 (2017).

58. K. Tilbury oraz P. J. Campagnola, "Applications of Second-Harmonic Generation Imaging Microscopy in Ovarian and Breast Cancer," Perspectives in Medicinal Chemistry **7**, PMC.S13214 (2015).

59. G. Agrawal, "Chapter 1 - Introduction," w *Nonlinear Fiber Optics (Fifth Edition)*, G. Agrawal, ed. (Academic Press, 2013), pp. 1-25.

60. S. G. J. John D. Joannopoulos, Joshua N. Winn, Robert D. Meade, "Chapter 2 - Electromagnetism in Mixed Dielectric Media," w *Photonic Crystals - Molding the Flow of Light*, I. Gnerlich, ed. (Princeton University Press, 2008), pp. 6-24.

61. P. Russell, "Photonic Crystal Fibers," Science **299**, 358 (2003).

62. R. F. Cregan, B. J. Mangan, J. C. Knight, T. A. Birks, P. S. J. Russell, P. J. Roberts oraz D. C. Allan, "Single-Mode Photonic Band Gap Guidance of Light in Air," Science **285**, 1537-1539 (1999).

63. B. Debord, F. Amrani, L. Vincetti, F. Gérôme oraz F. Benabid, "Hollow-Core Fiber Technology: The Rising of "Gas Photonics"," Fibers 7 (2019).

64. T. A. Birks, J. C. Knight oraz P. S. J. Russell, "Endlessly single-mode photonic crystal fiber," Optics Letters **22**, 961-963 (1997).

65. J. C. Knight, T. A. Birks, R. F. Cregan, P. S. J. Russell oraz J.-P. d. Sandro, "Large mode area photonic crystal fibre," w *Electronics Letters*(Institution of Engineering and Technology, 1998), pp. 1347-1348.

66. J. Limpert, A. Liem, M. Reich, T. Schreiber, S. Nolte, H. Zellmer, A. Tünnermann, J. Broeng, A. Petersson oraz C. Jakobsen, "Low-nonlinearity single-transverse-mode ytterbium-doped photonic crystal fiber amplifier," Optics Express **12**, 1313-1319 (2004).

67. J. Zhang, V. Fromzel oraz M. Dubinskii, "Resonantly cladding-pumped Yb-free Er-doped LMA fiber laser with record high power and efficiency," Optics Express **19**, 5574-5578 (2011).

68. J. Limpert, T. Schreiber, S. Nolte, H. Zellmer, A. Tünnermann, R. Iliew, F. Lederer, J. Broeng, G. Vienne, A. Petersson oraz C. Jakobsen, "High-power air-clad large-mode-area photonic crystal fiber laser," Optics Express **11**, 818-823 (2003).

69. J. Limpert, T. Schreiber, A. Liem, S. Nolte, H. Zellmer, T. Peschel, V. Guyenot oraz A. Tünnermann, "Thermo-optical properties of air-clad photonic crystal fiber lasers in high power operation," Optics Express **11**, 2982-2990 (2003).

70. R. Stępień, M. Franczyk, D. Pysz, I. Kujawa, M. Klimczak oraz R. Buczyński, "Ytterbium-Phosphate Glass for Microstructured Fiber Laser," Materials (Basel) **7**, 4723-4738 (2014).

71. M. Napierała, T. Nasilowski, E. Bereś-Pawlik, P. Mergo, F. Berghmans oraz H. Thienpont, "Large-mode-area photonic crystal fiber with double lattice constant structure and low bending loss," Optics Express **19**, 22628-22636 (2011).

72. S. Arismar Cerqueira, F. Luan, C. M. B. Cordeiro, A. K. George oraz J. C. Knight, "Hybrid photonic crystal fiber," Optics Express **14**, 926-931 (2006).

73. A. Ortigosa-Blanch, J. C. Knight, W. J. Wadsworth, J. Arriaga, B. J. Mangan, T. A. Birks oraz P. S. J. Russell, "Highly birefringent photonic crystal fibers," Optics Letters **25**, 1325-1327 (2000).

74. P. J. Roberts, D. P. Williams, H. Sabert, B. J. Mangan, D. M. Bird, T. A. Birks, J. C. Knight oraz P. S. J. Russell, "Design of low-loss and highly birefringent hollow-core photonic crystal fiber," Opt. Express **14**, 7329-7341 (2006).

75. J. C. Knight, T. A. Birks, B. J. Mangan, P. S. J. Russell, G. G. Vienne oraz J. P. De Sandro, "Multicore photonic crystal fibres," *12th International Conference on Optical Fiber Sensors*(Optical Society of America, Williamsburg, Virginia, 1997), p. PDP5.

76. L. Michaille, C. R. Bennett, D. M. Taylor oraz T. J. Shepherd, "Multicore Photonic Crystal Fiber Lasers for High Power/Energy Applications," IEEE Journal of Selected Topics in Quantum Electronics **15**, 328-336 (2009).

77. V. Tombelaine, A. Labruyère, J. Kobelke, K. Schuster, V. Reichel, P. Leproux, V. Couderc, R. Jamier oraz H. Bartelt, "Nonlinear photonic crystal fiber with a structured multi-component glass core for four-wave mixing and supercontinuum generation," Optics Express **17**, 15392-15401 (2009).

78. B. Wang, W. Zheng, R. Chen, H. Wei, B. Li oraz J. Hsu, "Dispersion compensation photonic crystal fibers with ultra-high dispersion coefficient and extremely low loss," 2013 6th IEEE/International Conference on Advanced Infocomm Technology (ICAIT) (2013), pp. 97-98.

79. N. Chen, X. Zhang, F. Nie, X. Lu oraz M. Chang, "Dispersion-compensating photonic crystal fiber with wavelength tunability based on a modified dual concentric core structure," Journal of Modern Optics **65**, 1459-1465 (2018).

80. G. S. Wiederhecker, C. M. B. Cordeiro, F. Couny, F. Benabid, S. A. Maier, J. C. Knight, C. H. B. Cruz oraz H. L. Fragnito, "Field enhancement within an optical fibre with a subwavelength air core," Nature Photonics **1**, 115 (2007).

81. T. G. Euser, M. A. Schmidt, N. Y. Joly, C. Gabriel, C. Marquardt, L. Y. Zang, M. Förtsch, P. Banzer, A. Brenn, D. Elser, M. Scharrer, G. Leuchs oraz P. S. J. Russell, "Birefringence and dispersion of cylindrically polarized modes in nanobore photonic crystal fiber," J. Opt. Soc. Am. B **28**, 193-198 (2011).

82. C. Markos, J. C. Travers, A. Abdolvand, B. J. Eggleton oraz O. Bang, "Hybrid photonic-crystal fiber," Reviews of Modern Physics **89**, 045003 (2017).

83. R. Buczynski, "Photonic Crystal Fibers," Acta Physica Polonica A **106**, 141-167 (2004).

84. J. C. Knight, "Photonic crystal fibres," Nature **424**, 847 (2003).

85. P. S. J. Russell, "Photonic-Crystal Fibers," Journal of Lightwave Technology **24**, 4729-4749 (2006).

86. J. Lægsgaard oraz A. Bjarklev, "Microstructured Optical Fibers—Fundamentals and Applications," Journal of the American Ceramic Society **89**, 2-12 (2006).

87. F. Poletti, N. V. Wheeler, M. N. Petrovich, N. Baddela, E. Numkam Fokoua, J. R. Hayes, D. R. Gray, Z. Li, R. Slavík oraz D. J. Richardson, "Towards high-capacity fibre-optic communications at the speed of light in vacuum," Nature Photonics **7**, 279 (2013).

88. X. Zhang, S. Gao, Y. Wang, W. Ding, X. Wang oraz P. Wang, "7-cell hollow-core photonic bandgap fiber with broad spectral bandwidth and low loss," Optics Express **27**, 11608-11616 (2019).

89. Y. Jung, V. A. J. M. Sleiffer, N. Baddela, M. N. Petrovich, J. R. Hayes, N. V. Wheeler, D. R. Gray, E. N. Fokoua, J. P. Wooler, N. H. L. Wong, F. Parmigiani, S. U. Alam, J. Surof, M. Kuschnerov, V. Veljanovski, H. d. Waardt, F. Poletti oraz D. J. Richardson, "First demonstration of a broadband 37-cell hollow core photonic bandgap fiber and its application to high capacity mode division multiplexing," *2013 Optical Fiber Communication Conference and Exposition and the National Fiber Optic Engineers Conference (OFC/NFOEC)*(2013), pp. 1-3.

90. S.-F. Gao, Y.-Y. Wang, X.-L. Liu, W. Ding oraz P. Wang, "Bending loss characterization in nodeless hollow-core anti-resonant fiber," Optics Express **24**, 14801-14811 (2016).

91. W. Belardi, "Design and Properties of Hollow Antiresonant Fibers for the Visible and Near Infrared Spectral Range," Journal of Lightwave Technology **33**, 4497-4503 (2015).

92. A. D. Pryamikov, A. S. Biriukov, A. F. Kosolapov, V. G. Plotnichenko, S. L. Semjonov oraz E. M. Dianov, "Demonstration of a waveguide regime for a silica hollow - core microstructured optical fiber with a negative curvature of the core boundary in the spectral region > 3.5 μ m," Opt. Express **19**, 1441-1448 (2011).

93. P. Jaworski, F. Yu, R. M. Carter, J. C. Knight, J. D. Shephard oraz D. P. Hand, "High energy green nanosecond and picosecond pulse delivery through a negative curvature fiber for precision micro-machining," Optics Express 23, 8498-8506 (2015).

94. S.-f. Gao, Y.-y. Wang, W. Ding, D.-l. Jiang, S. Gu, X. Zhang oraz P. Wang, "Hollow-core conjoined-tube negative-curvature fibre with ultralow loss," Nature Communications **9**, 2828 (2018).

95. F. Couny, F. Benabid oraz P. S. Light, "Large-pitch kagome-structured hollow-core photonic crystal fiber," Opt. Lett. **31**, 3574-3576 (2006).

96. X. Huang, W. Qi, D. Ho, K.-T. Yong, F. Luan oraz S. Yoo, "Hollow core anti-resonant fiber with split cladding," Opt. Express **24**, 7670-7678 (2016).

97. M. Nikodem, K. Krzempek, G. Dudzik oraz K. Abramski, "Hollow core fiber-assisted absorption spectroscopy of methane at 3.4 µm," Opt. Express **26**, 21843-21848 (2018).

98. B. J. Mangan, L. Farr, A. Langford, P. J. Roberts, D. P. Williams, F. Couny, M. Lawman, M. Mason, S. Coupland, R. Flea, H. Sabert, T. A. Birks, J. C. Knight oraz P. S. J. Russell, "Low loss (1.7 dB/km) hollow core photonic bandgap fiber," *Optical Fiber Communication Conference, 2004. OFC 2004*(2004), p. 3 pp. vol.2.

99. P. J. Roberts, F. Couny, H. Sabert, B. J. Mangan, D. P. Williams, L. Farr, M. W. Mason, A. Tomlinson, T. A. Birks, J. C. Knight oraz P. S. J. Russell, "Ultimate low loss of hollow-core photonic crystal fibres," Opt. Express **13**, 236-244 (2005).

100. N. V. Wheeler, M. N. Petrovich, R. Slavik, N. K. Baddela, E. R. Numkam Fokoua, J. R. Hayes, D. Gray, F. Poletti oraz D. Richardson, "Wide-bandwidth, low-loss, 19-cell hollow core photonic band gap fiber and its potential for low latency data transmission," *National Fiber Optic Engineers Conference*(Optical Society of America, Los Angeles, California, 2012), p. PDP5A.2.

101. M. N. Petrovich, F. Poletti, J. P. Wooler, A. M. Heidt, N. K. Baddela, Z. Li, D. R. Gray, R. Slavík, F. Parmigiani, N. V. Wheeler, J. R. Hayes, E. Numkam, L. Grüner-Nielsen, B. Pálsdóttir, R. Phelan, B. Kelly, J. O'Carroll, M. Becker, N. MacSuibhne, J. Zhao, F. C. G. Gunning, A. D. Ellis, P. Petropoulos, S. U. Alam oraz D. J. Richardson, "Demonstration of amplified data transmission at 2 μ m in a low-loss wide bandwidth hollow core photonic bandgap fiber," Optics Express **21**, 28559-28569 (2013).

102. F. Yang, W. Jin, Y. Cao, H. L. Ho oraz Y. Wang, "Towards high sensitivity gas detection with hollow-core photonic bandgap fibers," Optics Express **22**, 24894-24907 (2014).

103. M. J. F. Digonnet, H. K. Kim, S. Blin, V. Dangui oraz G. S. Kino, "Sensitivity and Stability of an Air-Core Fiber Gyroscope," *Optical Fiber Sensors*(Optical Society of America, Cancun, 2006), p. ME1.

104. A. A. Lanin, I. y. V. Fedotov, D. A. Sidorov-Biryukov, L. V. Doronina-Amitonova, O. I. Ivashkina, M. A. Zots, C.-K. Sun, F. Ömer Ilday, A. B. Fedotov, K. V. Anokhin oraz A. M. Zheltikov, "Air-guided photonic-crystal-fiber pulse-compression delivery of multimegawatt femtosecond laser output for nonlinear-optical imaging and neurosurgery," Applied Physics Letters **100**, 101104 (2012).

105. G. Humbert, J. C. Knight, G. Bouwmans, P. S. J. Russell, D. P. Williams, P. J. Roberts oraz B. J. Mangan, "Hollow core photonic crystal fibers for beam delivery," Optics Express **12**, 1477-1484 (2004).

106. F. Poletti, N. Petrovich Marco oraz J. Richardson David, "Hollow-core photonic bandgap fibers: technology and applications," w *Nanophotonics*(2013), p. 315.

107. F. Benabid, J. C. Knight, G. Antonopoulos oraz P. S. J. Russell, "Stimulated Raman Scattering in Hydrogen-Filled Hollow-Core Photonic Crystal Fiber," Science **298**, 399 (2002).

108. G. J. Pearce, G. S. Wiederhecker, C. G. Poulton, S. Burger oraz P. S. J. Russell, "Models for guidance in kagome-structured hollow-core photonic crystal fibres," Opt. Express **15**, 12680-12685 (2007).

109. F. Couny, F. Benabid, P. J. Roberts, P. S. Light oraz M. G. Raymer, "Generation and Photonic Guidance of Multi-Octave Optical-Frequency Combs," Science **318**, 1118 (2007).

110. Y. Y. Wang, N. V. Wheeler, F. Couny, P. J. Roberts oraz F. Benabid, "Low loss broadband transmission in hypocycloid-core Kagome hollow-core photonic crystal fiber," Opt. Lett. **36**, 669-671 (2011).

111. Y. Wang, F. Couny, P. J. Roberts oraz F. Benabid, "Low Loss Broadband Transmission In Optimized Core-shape Kagome Hollow-core PCF," *Conference on Lasers and Electro-Optics* 2010(Optical Society of America, San Jose, California, 2010), p. CPDB4.

112. J. D. Shephard, W. N. MacPherson, R. R. J. Maier, J. D. C. Jones, D. P. Hand, M. Mohebbi, A. K. George, P. J. Roberts oraz J. C. Knight, "Single-mode mid-IR guidance in a hollow-core photonic crystal fiber," Optics Express **13**, 7139-7144 (2005).

113. A. Urich, R. R. J. Maier, B. J. Mangan, S. Renshaw, J. C. Knight, D. P. Hand oraz J. D. Shephard, "Delivery of high energy Er:YAG pulsed laser light at 2.94µm through a silica hollow core photonic crystal fibre," Optics Express **20**, 6677-6684 (2012).

114. F. Yu, M. Cann, A. Brunton, W. Wadsworth oraz J. Knight, "Single-mode solarization-free hollow-core fiber for ultraviolet pulse delivery," Opt. Express **26**, 10879-10887 (2018).

115. S.-F. Gao, Y.-Y. Wang, W. Ding oraz P. Wang, "Hollow-core negative-curvature fiber for UV guidance," Opt. Lett. **43**, 1347-1350 (2018).

116. B. Debord, A. Amsanpally, M. Chafer, A. Baz, M. Maurel, J. M. Blondy, E. Hugonnot, F. Scol, L. Vincetti, F. Gérôme oraz F. Benabid, "Ultralow transmission loss in inhibited-coupling guiding hollow fibers," Optica **4**, 209-217 (2017).

117. A. N. Kolyadin, A. F. Kosolapov, A. D. Pryamikov, A. S. Biriukov, V. G. Plotnichenko oraz E. M. Dianov, "Light transmission in negative curvature hollow core fiber in extremely high material loss region," Opt. Express **21**, 9514-9519 (2013).

118. F. Yu oraz J. C. Knight, "Spectral attenuation limits of silica hollow core negative curvature fiber," Optics Express **21**, 21466-21471 (2013).

119. M. R. Abu Hassan, F. Yu, W. J. Wadsworth oraz J. C. Knight, "Cavity-based mid-IR fiber gas laser pumped by a diode laser," Optica **3**, 218-221 (2016).

120. F. Yu, W. J. Wadsworth oraz J. C. Knight, "Low loss silica hollow core fibers for $3-4 \mu m$ spectral region," Optics Express **20**, 11153-11158 (2012).

121. F. Poletti, "Nested antiresonant nodeless hollow core fiber," Opt. Express 22, 23807-23828 (2014).

122. S. A. Mousavi, S. R. Sandoghchi, D. J. Richardson oraz F. Poletti, "Broadband high birefringence and polarizing hollow core antiresonant fibers," Optics Express 24, 22943-22958 (2016).

123. C. Wei, C. R. Menyuk oraz J. Hu, "Polarization-filtering and polarization-maintaining low-loss negative curvature fibers," Optics Express **26**, 9528-9540 (2018).

124. M. S. Habib, J. E. Antonio-Lopez, C. Markos, A. Schülzgen oraz R. Amezcua-Correa, "Single-mode, low loss hollow-core anti-resonant fiber designs," Optics Express **27**, 3824-3836 (2019).

125. P. Roth, Y. Chen, M. C. Günendi, R. Beravat, N. N. Edavalath, M. H. Frosz, G. Ahmed, G. K. L. Wong oraz P. S. J. Russell, "Strong circular dichroism for the HE11 mode in twisted single-ring hollow-core photonic crystal fiber," Optica **5**, 1315-1321 (2018).

126. P. S. J. Russell, P. Hölzer, W. Chang, A. Abdolvand oraz J. C. Travers, "Hollow-core photonic crystal fibres for gas-based nonlinear optics," Nature Photonics **8**, 278 (2014).

127. M. Nikodem, G. Gomółka, M. Klimczak, D. Pysz oraz R. Buczyński, "Laser absorption spectroscopy at 2 µm inside revolver-type anti-resonant hollow core fiber," Optics Express **27**, 14998-15006 (2019).

128. E. A. Curtis, T. Bradley, G. P. Barwood, C. S. Edwards, N. V. Wheeler, R. Phelan, D. J. Richardson, M. N. Petrovich oraz P. Gill, "Laser frequency stabilization and spectroscopy at 2051 nm using a compact CO2-filled Kagome hollow core fiber gas-cell system," Optics Express **26**, 28621-28633 (2018).

129. M. Klimczak, D. Dobrakowski, A. N. Ghosh, G. Stępniewski, D. Pysz, G. Huss, T. Sylvestre oraz R. Buczyński, "Nested capillary anti-resonant silica fiber with mid-infrared transmission and low bending sensitivity at 4000  nm," Optics Letters **44**, 4395-4398 (2019).

130. B. M. Trabold, R. J. R. Hupfer, A. Abdolvand oraz P. St.J. Russell, "Broadband high-resolution multi-species CARS in gas-filled hollow-core photonic crystal fiber," Optics Letters **42**, 3283-3286 (2017).

131. F. Belli, A. Abdolvand, W. Chang, J. C. Travers oraz P. S. J. Russell, "Vacuum-ultraviolet to infrared supercontinuum in hydrogen-filled photonic crystal fiber," Optica **2**, 292-300 (2015).

132. K. F. Mak, J. C. Travers, P. Hölzer, N. Y. Joly oraz P. S. J. Russell, "Tunable vacuum-UV to visible ultrafast pulse source based on gas-filled Kagome-PCF," Optics Express **21**, 10942-10953 (2013).

133. M. Cassataro, D. Novoa, M. C. Günendi, N. N. Edavalath, M. H. Frosz, J. C. Travers oraz P. S. J. Russell, "Generation of broadband mid-IR and UV light in gas-filled single-ring hollow-core PCF," Optics Express **25**, 7637-7644 (2017).

134. I. Bufetov, A. Kosolapov, A. Pryamikov, A. Gladyshev, A. Kolyadin, A. Krylov, Y. Yatsenko oraz A. Biriukov, "Revolver Hollow Core Optical Fibers," Fibers **6** (2018).

135. C. Wei, R. J. Weiblen, C. R. Menyuk oraz J. Hu, "Negative curvature fibers," Adv. Opt. Photon. 9, 504-561 (2017).

136. A. F. Kosolapov, A. D. Pryamikov, A. S. Biriukov, M. S. Astapovich, V. S. Shiryaev, G. E. Snopatin, V. G. Plotnichenko, M. F. Churbanov oraz E. M. Dianov, "Hollow-Core Fiber for Transmission of CO2 Laser Radiation," *Advanced Photonics*(Optical Society of America, Toronto, 2011), p. SOWB4.

137. A. F. Kosolapov, A. D. Pryamikov, A. S. Biriukov, V. S. Shiryaev, M. S. Astapovich, G. E. Snopatin, V. G. Plotnichenko, M. F. Churbanov oraz E. M. Dianov, "Demonstration of CO2-laser power delivery through chalcogenide-glass fiber with negative-curvature hollow core," Optics Express **19**, 25723-25728 (2011).

138. A. Argyros oraz J. Pla, "Hollow-core polymer fibres with a kagome lattice: potential for transmission in the infrared," Opt. Express **15**, 7713-7719 (2007).

139. P. Jaworski, F. Yu, R. R. J. Maier, W. J. Wadsworth, J. C. Knight, J. D. Shephard oraz D. P. Hand, "Picosecond and nanosecond pulse delivery through a hollow-core Negative Curvature Fiber for micro-machining applications," Optics Express **21**, 22742-22753 (2013).

140. M. Michieletto, J. K. Lyngsø, C. Jakobsen, J. Lægsgaard, O. Bang oraz T. T. Alkeskjold, "Hollow-core fibers for high power pulse delivery," Opt. Express **24**, 7103-7119 (2016).

141. A. N. Kolyadin, G. K. Alagashev, A. D. Pryamikov, L. Mouradian, A. Zeytunyan, H. Toneyan, A. F. Kosolapov oraz I. A. Bufetov, "Negative Curvature Hollow-core Fibers: Dispersion Properties and Femtosecond Pulse Delivery," Physics Procedia **73**, 59-66 (2015).

142. "GLOphotonics," http://www.glophotonics.fr/.

143. S. John, "Strong localization of photons in certain disordered dielectric superlattices," Physical Review Letters **58**, 2486-2489 (1987).

144. E. Yablonovitch, "Inhibited Spontaneous Emission in Solid-State Physics and Electronics," Physical Review Letters **58**, 2059-2062 (1987).

145. S. G. J. John D. Joannopoulos, Joshua N. Winn, Robert D. Meade, "Chapter 3 - Symmetries and Solid-State Electromagnetism," w *Photonic Crystals - Molding the Flow of Light*, I. Gnerlich, ed. (Princeton University Press, 2008), pp. 25-43.

146. S. G. J. John D. Joannopoulos, Joshua N. Winn, Robert D. Meade, "Chapter 9 - Photonic Crystal Fibers," w *Photonic Crystals - Molding the Flow of Light*, I. Gnerlich, ed. (Princeton University Press, 2008), pp. 156-189.

147. T. A. Birks, P. J. Roberts, P. S. J. Russell, D. M. Atkin oraz T. J. Shepherd, "Full 2-D photonic bandgaps in silica/air structures," Electronics Letters **31**, 1941-1943 (1995).

148. A. Argyros, T. A. Birks, S. G. Leon-Saval, C. M. B. Cordeiro, F. Luan oraz P. S. J. Russell, "Photonic bandgap with an index step of one percent," Optics Express **13**, 309-314 (2005).

149. H. I. Stawska, "Zastosowanie światłowodów mikrostrukturalnych w nieliniowych układach diagnostycznych," (praca doktorska, Department of Telecommunications and Teleinformatics, Wrocław University of Science and Technology, Wrocław, Polska, 2017)

150. Y. Wang oraz W. Ding, "Confinement loss in hollow-core negative curvature fiber: A multi-layered model," Opt. Express **25**, 33122-33133 (2017).

151. F. Yu oraz J. C. Knight, "Negative Curvature Hollow-Core Optical Fiber," IEEE Journal of Selected Topics in Quantum Electronics **22**, 146-155 (2016).

152. M. A. Duguay, Y. Kokubun, T. L. Koch oraz L. Pfeiffer, "Antiresonant reflecting optical waveguides in SiO2-Si multilayer structures," Applied Physics Letters **49**, 13-15 (1986).

153. J. Archambault, R. J. Black, S. Lacroix oraz J. Bures, "Loss calculations for antiresonant waveguides," Journal of Lightwave Technology **11**, 416-423 (1993).

154. N. M. Litchinitser, A. K. Abeeluck, C. Headley oraz B. J. Eggleton, "Antiresonant reflecting photonic crystal optical waveguides," Optics Letters **27**, 1592-1594 (2002).

155. G. Agrawal, "Chapter 2 - Pulse Propagation in Fibers," w Nonlinear Fiber Optics (Fifth Edition), G. Agrawal, ed. (Academic Press, 2013), pp. 27-56.

156. W. Belardi oraz J. C. Knight, "Effect of core boundary curvature on the confinement losses of hollow antiresonant fibers," Opt. Express **21**, 21912-21917 (2013).

157. R. F. Ando, A. Hartung, B. Jang oraz M. A. Schmidt, "Approximate model for analyzing band structures of single-ring hollow-core anti-resonant fibers," Optics Express **27**, 10009-10021 (2019).

158. "Product Spec. Sheet, HC-440-02 photonic crystal fiber (NKT Photonics, Birkerød, Denmark)," https://www.nktphotonics.com/wp-content/uploads/sites/3/2015/01/HC-440.pdf?1561974020.

159. S. Smolka, M. Barth oraz O. Benson, "Highly efficient fluorescence sensing with hollow core photonic crystal fibers," Optics Express **15**, 12783-12791 (2007).

160. "Product Spec. Sheet, HC-800-02 photonic crystal fiber (NKT Photonics, Birkerød, Denmark)," https://www.nktphotonics.com/wp-content/uploads/sites/3/2015/01/hc-800-1.pdf?1539002002.

161. S.-f. Gao, Y.-y. Wang, X.-l. Liu, C. Hong, S. Gu oraz P. Wang, "Nodeless hollow-core fiber for the visible spectral range," Opt. Lett. **42**, 61-64 (2017).

162."Product Spec. Sheet, HC-1060-02 photonic crystal fiber (NKT Photonics, Birkerød,
https://www.nktphotonics.com/wp-content/uploads/sites/3/2015/01/HC-
1060.pdf?1562068426.

163. M. B. S. Nawazuddin, N. V. Wheeler, J. R. Hayes, S. R. Sandoghchi, T. D. Bradley, G. T. Jasion, R. Slavík, D. J. Richardson oraz F. Poletti, "Lotus-Shaped Negative Curvature Hollow Core Fiber With 10.5 dB/km at 1550 nm Wavelength," Journal of Lightwave Technology **36**, 1213-1219 (2018).

164. H. Sakr, T. D. Bradley, Y. Hong, G. T. Jasion, J. R. Hayes, H. Kim, I. A. Davidson, E. N. Fokoua, Y. Chen, K. R. H. Bottrill, N. Taengnoi, P. Petropoulos, D. J. Richardson oraz F. Poletti, "Ultrawide Bandwidth Hollow Core Fiber for Interband Short Reach Data Transmission," *Optical Fiber Communication Conference Postdeadline Papers 2019*(Optical Society of America, San Diego, California, 2019), p. Th4A.1.

165. J. R. Hayes, S. R. Sandoghchi, T. D. Bradley, Z. Liu, R. Slavík, M. A. Gouveia, N. V. Wheeler, G. Jasion, Y. Chen, E. N. Fokoua, M. N. Petrovich, D. J. Richardson oraz F. Poletti, "Antiresonant hollow core fiber with octave spanning bandwidth for short haul data communications," *2016 Optical Fiber Communications Conference and Exhibition (OFC)*(2016), pp. 1-3.

166. J. K. Lyngsø, B. J. Mangan, C. Jakobsen oraz P. J. Roberts, "7-cell core hollow-core photonic crystal fibers with low loss in the spectral region around 2 μm," Optics Express **17**, 23468-23473 (2009).

167. "NKT Photonics," https://www.nktphotonics.com/.

168. B. A. Flusberg, E. D. Cocker, W. Piyawattanametha, J. C. Jung, E. L. M. Cheung oraz M. J. Schnitzer, "Fiber-optic fluorescence imaging," Nature Methods **2**, 941-950 (2005).

169. U. Utzinger oraz R. R. Richards-Kortum, "Fiber optic probes for biomedical optical spectroscopy," J Biomed Opt **8**, 121-147, 127 (2003).

170. S. Coda, A. J. Thompson, G. T. Kennedy, K. L. Roche, L. Ayaru, D. S. Bansi, G. W. Stamp, A. V. Thillainayagam, P. M. W. French oraz C. Dunsby, "Fluorescence lifetime spectroscopy of tissue autofluorescence in normal and diseased colon measured ex vivo using a fiber-optic probe," Biomed. Opt. Express **5**, 515-538 (2014).

171. "Manua Kea Technologies - system "Cell-Vizio"," https://www.maunakeatech.com/en/cellvizio.

172. G. Agrawal, "Chapter 3 - Group-Velocity Dispersion," w Nonlinear Fiber Optics (Fifth Edition), G. Agrawal, ed. (Academic Press, 2013), pp. 57-85.

173. G. Agrawal, "Chapter 4 - Self-Phase Modulation," w *Nonlinear Fiber Optics (Fifth Edition)*, G. Agrawal, ed. (Academic Press, 2013), pp. 87-128.

174. J. Toulouse, "Optical nonlinearities in fibers: review, recent examples, and systems applications," Journal of Lightwave Technology **23**, 3625-3641 (2005).

175. E. Treacy, "Optical pulse compression with diffraction gratings," IEEE Journal of Quantum Electronics **5**, 454-458 (1969).

176. R. L. Fork, O. E. Martinez oraz J. P. Gordon, "Negative dispersion using pairs of prisms," Optics Letters **9**, 150-152 (1984).

177. C. Lefort, T. Mansuryan, F. Louradour oraz A. Barthelemy, "Pulse compression and fiber delivery of 45 fs Fourier transform limited pulses at 830 nm," Optics Letters **36**, 292-294 (2011).

178. M. Kalashyan, C. Lefort, L. Martínez-León, T. Mansuryan, L. Mouradian oraz F. Louradour, "Ultrashort pulse fiber delivery with optimized dispersion control by reflection grisms at 800 nm," Optics Express **20**, 25624-25635 (2012).

179. D. A. Peyrot, C. Lefort, M. Steffenhagen, T. Mansuryan, G. Ducourthial, D. Abi-Haidar, N. Sandeau, C. Vever-Bizet, S. G. Kruglik, L. Thiberville, F. Louradour oraz G. Bourg-Heckly,

"Development of a nonlinear fiber-optic spectrometer for human lung tissue exploration," Biomedical Optics Express **3**, 840-853 (2012).

180. E. E. Morales-Delgado, D. Psaltis oraz C. Moser, "Two-photon imaging through a multimode fiber," Optics Express **23**, 32158-32170 (2015).

181. C. Lefort, M. Kalashyan, G. Ducourthial, T. Mansuryan, R. P. O'Connor oraz F. Louradour, "Sub-30-fs pulse compression and pulse shaping at the output of a 2-m-long optical fiber in the near-infrared range," J. Opt. Soc. Am. B **31**, 2317-2324 (2014).

182. G. Liu, K. Kieu, F. W. Wise oraz Z. Chen, "Multiphoton microscopy system with a compact fiber-based femtosecond-pulse laser and handheld probe," Journal of Biophotonics **4**, 34-39 (2011).

183. W. Göbel, J. N. D. Kerr, A. Nimmerjahn oraz F. Helmchen, "Miniaturized two-photon microscope based on a flexible coherent fiber bundle and a gradient-index lens objective," Optics Letters **29**, 2521-2523 (2004).

184. M. T. Myaing, J. Y. Ye, T. B. Norris, T. Thomas, J. J. R. Baker, W. J. Wadsworth, G. Bouwmans, J. C. Knight oraz P. S. J. Russell, "Enhanced two-photon biosensing with double-clad photonic crystal fibers," Optics Letters **28**, 1224-1226 (2003).

185. M. T. Myaing, D. J. MacDonald oraz X. Li, "Fiber-optic scanning two-photon fluorescence endoscope," Optics Letters **31**, 1076-1078 (2006).

186. Y. Zhao, H. Nakamura oraz R. J. Gordon, "Development of a versatile two-photon endoscope for biological imaging," Biomed. Opt. Express **1**, 1159-1172 (2010).

187. Y. Wu, J. Xi, M. J. Cobb oraz X. Li, "Scanning fiber-optic nonlinear endomicroscopy with miniature aspherical compound lens and multimode fiber collector," Optics Letters **34**, 953-955 (2009).

188. F. Akhoundi, Y. Qin, N. Peyghambarian, J. K. Barton oraz K. Kieu, "Compact fiber-based multi-photon endoscope working at 1700 nm," Biomed. Opt. Express **9**, 2326-2335 (2018).

189. Y. Wu, Y. Leng, J. Xi oraz X. Li, "Scanning all-fiber-optic endomicroscopy system for 3D nonlinear optical imaging of biological tissues," Optics Express **17**, 7907-7915 (2009).

190. G. Ducourthial, P. Leclerc, T. Mansuryan, M. Fabert, J. Brevier, R. Habert, F. Braud, R. Batrin, C. Vever-Bizet, G. Bourg-Heckly, L. Thiberville, A. Druilhe, A. Kudlinski oraz F. Louradour, "Development of a real-time flexible multiphoton microendoscope for label-free imaging in a live animal," Scientific Reports **5**, 18303 (2015).

191. C. Lefort, H. Hamzeh, F. Louradour, F. Pain oraz D. A. Haidar, "Characterization, comparison, and choice of a commercial double-clad fiber for nonlinear endomicroscopy," J Biomed Opt **19**, 1-8, 8 (2014).

192. "Thorlabs Inc.," https://www.thorlabs.com/.

193. "APE Angewandte Physik & Elektronik GmbH," https://www.ape-berlin.de/en/.

194. F. Helmchen, D. W. Tank oraz W. Denk, "Enhanced two-photon excitation through optical fiber by single-mode propagation in a large core," Appl. Opt. **41**, 2930-2934 (2002).

195. D. Kim, H. Choi, S. Yazdanfar oraz P. T. C. So, "Ultrafast optical pulse delivery with fibers for nonlinear microscopy," Microscopy research and technique **71**, 887-896 (2008).

196. D. Bird oraz M. Gu, "Fibre-optic two-photon scanning fluorescence microscopy," Journal of Microscopy **208**, 35-48 (2002).

197. D. Bird oraz M. Gu, "Compact two-photon fluorescence microscope based on a single-mode fiber coupler," Optics Letters **27**, 1031-1033 (2002).

198. L. Fu, X. Gan oraz M. Gu, "Use of a single-mode fiber coupler for second-harmonic-generation microscopy," Optics Letters **30**, 385-387 (2005).

199. D. Bird oraz M. Gu, "Two-photon fluorescence endoscopy with a micro-optic scanning head," Optics Letters **28**, 1552-1554 (2003).

200. L. Fu, X. Gan oraz M. Gu, "Nonlinear optical microscopy based on double-clad photonic crystal fibers," Optics Express **13**, 5528-5534 (2005).

201. F. Knorr, D. R. Yankelevich, J. Liu, S. Wachsmann-Hogiu oraz L. Marcu, "Two-photon excited fluorescence lifetime measurements through a double-clad photonic crystal fiber for tissue micro-endoscopy," Journal of Biophotonics **5**, 14-19 (2012).

202. K. Murari, Y. Zhang, S. Li, Y. Chen, M.-J. Li oraz X. Li, "Compensation-free, all-fiber-optic, two-photon endomicroscopy at 1.55 µm," Optics Letters **36**, 1299-1301 (2011).

203. J. Xi, Y. Chen, Y. Zhang, K. Murari, M.-J. Li oraz X. Li, "Integrated multimodal endomicroscopy platform for simultaneous en face optical coherence and two-photon fluorescence imaging," Optics Letters **37**, 362-364 (2012).

204. L. Huang, A. K. Mills, Y. Zhao, D. J. Jones oraz S. Tang, "Miniature fiber-optic multiphoton microscopy system using frequency-doubled femtosecond Er-doped fiber laser," Biomed. Opt. Express **7**, 1948-1956 (2016).

205. S.-P. Tai, M.-C. Chan, T.-H. Tsai, S.-H. Guol, L.-J. Chen oraz C.-K. Sun, "Two-photon fluorescence microscope with a hollow-core photonic crystal fiber," Opt. Express **12**, 6122-6128 (2004).

206. B. A. Flusberg, J. C. Jung, E. D. Cocker, E. P. Anderson oraz M. J. Schnitzer, "In vivo brain imaging using a portable 3.9?gram two-photon fluorescence microendoscope," Optics Letters **30**, 2272-2274 (2005).

207. C. L. Hoy, N. J. Durr, P. Chen, W. Piyawattanametha, H. Ra, O. Solgaard oraz A. Ben-Yakar, "Miniaturized probe for femtosecond laser microsurgery and two-photon imaging," Optics Express **16**, 9996-10005 (2008).

208. O. Ferhanoglu, M. Yildirim, K. Subramanian oraz A. Ben-Yakar, "A 5-mm piezo-scanning fiber device for high speed ultrafast laser microsurgery," Biomed. Opt. Express **5**, 2023-2036 (2014).

209. W. Piyawattanametha, E. D. Cocker, L. D. Burns, R. P. J. Barretto, J. C. Jung, H. Ra, O. Solgaard oraz M. J. Schnitzer, "In vivo brain imaging using a portable 2.9 g two-photon microscope based on a microelectromechanical systems scanning mirror," Optics Letters **34**, 2309-2311 (2009).

210. R. L. Harzic, M. Weinigel, I. Riemann, K. König oraz B. Messerschmidt, "Nonlinear optical endoscope based on a compact two axes piezo scanner and a miniature objective lens," Optics Express **16**, 20588-20596 (2008).

211. C. J. Engelbrecht, R. S. Johnston, E. J. Seibel oraz F. Helmchen, "Ultra-compact fiber-optic two-photon microscope for functional fluorescence imaging in vivo," Optics Express **16**, 5556-5564 (2008).

212. H. Choi oraz P. T. C. So, "Improving femtosecond laser pulse delivery through a hollow core photonic crystal fiber for temporally focused two-photon endomicroscopy," Scientific Reports **4**, 6626 (2014).

213. S. Brustlein, P. Berto, R. Hostein, P. Ferrand, C. Billaudeau, D. Marguet, A. Muir, J. Knight oraz H. Rigneault, "Double-clad hollow core photonic crystal fiber for coherent Raman endoscope," Opt. Express **19**, 12562-12568 (2011).

214. P. Ghenuche, S. Rammler, N. Y. Joly, M. Scharrer, M. Frosz, J. Wenger, P. S. J. Russell oraz H. Rigneault, "Kagome hollow-core photonic crystal fiber probe for Raman spectroscopy," Opt. Lett. **37**, 4371-4373 (2012).

215. P. Ghenuche, H. Rigneault oraz J. Wenger, "Hollow-core photonic crystal fiber probe for remote fluorescence sensing with single molecule sensitivity," Optics Express **20**, 28379-28387 (2012).

216. A. Heifetz, S.-C. Kong, A. V. Sahakian, A. Taflove oraz V. Backman, "Photonic Nanojets," J Comput Theor Nanosci **6**, 1979-1992 (2009).

217. P. Ghenuche, H. Rigneault oraz J. Wenger, "Photonic nanojet focusing for hollow-core photonic crystal fiber probes," Appl. Opt. **51**, 8637-8640 (2012).

218. K. W. Allen, A. F. Kosolapov, A. N. Kolyadin, A. D. Pryamikov, N. Mojaverian, N. I. Limberopoulos oraz V. N. Astratov, "Photonic jets produced by microspheres integrated with hollow-core fibers for ultraprecise laser surgery," *2013 15th International Conference on Transparent Optical Networks (ICTON)*(2013), pp. 1-4.

219. B. Sherlock, Y. Fei, S. Jim, W. Sean, P. Carl, A. Neil Mark A, W. French Paul M, K. Jonathan oraz D. Chris, "Tunable fibre - coupled multiphoton microscopy with a negative curvature fibre," Journal of Biophotonics **9**, 715-720 (2016).

220. B. Sherlock, S. C. Warren, Y. Alexandrov, F. Yu, J. Stone, J. Knight, M. A. A. Neil, C. Paterson, P. M. W. French oraz C. Dunsby, "In vivo multiphoton microscopy using a handheld scanner with lateral and axial motion compensation," Journal of Biophotonics **11**, e201700131 (2018).

221. M. Andreana, T. Le, W. Drexler oraz A. Unterhuber, "Ultrashort pulse Kagome hollow-core photonic crystal fiber delivery for nonlinear optical imaging," Optics Letters **44**, 1588-1591 (2019).

222. A. Lombardini, V. Mytskaniuk, S. Sivankutty, E. R. Andresen, X. Chen, J. Wenger, M. Fabert, N. Joly, F. Louradour, A. Kudlinski oraz H. Rigneault, "High-resolution multimodal flexible coherent Raman endoscope," Light: Science & Applications **7**, 10 (2018).

223. S. Turtaev, I. T. Leite, T. Altwegg-Boussac, J. M. P. Pakan, N. L. Rochefort oraz T. Čižmár, "High-fidelity multimode fibre-based endoscopy for deep brain in vivo imaging," Light: Science & Applications **7**, 92 (2018).

224. S. Ohayon, A. Caravaca-Aguirre, R. Piestun oraz J. J. DiCarlo, "Minimally invasive multimode optical fiber microendoscope for deep brain fluorescence imaging," Biomed. Opt. Express **9**, 1492-1509 (2018).

225. C. A. F. Marques, D. J. Webb oraz P. Andre, "Polymer optical fiber sensors in human life safety," Optical Fiber Technology **36**, 144-154 (2017).

226. M. Szczurkowski, "Private communications," https://refractiveindex.info/?shelf=organic&book=poly%28methyl_methacrylate%29&page=Szczuro wski.

227. I. H. Malitson, "Interspecimen Comparison of the Refractive Index of Fused Silica*,†," Journal of the Optical Society of America **55**, 1205-1209 (1965).

228. J. M. Bennett, "Polarization," w Handbook of Optics, Third Edition, Volume I: Geometrical and Physical Optics, Polarized Light, Components and Instruments, M. Bass, ed. (McGraw-Hill, 2010), pp. 12.13-12.31.

229. R. Kitamura, L. Pilon oraz M. Jonasz, "Optical constants of silica glass from extreme ultraviolet to far infrared at near room temperature," Appl. Opt. **46**, 8118-8133 (2007).

230. O. G. Abdullah, S. B. Aziz oraz M. A. Rasheed, "Effect of silicon powder on the optical characterization of Poly(methyl methacrylate) polymer composites," Journal of Materials Science: Materials in Electronics **28**, 4513-4520 (2017).

231. "Lumerical MODE Solutions, (n,k) Material Model," https://kb.lumerical.com/en/materials_nk_material_model.html.

232. "ESKATM Plastic Fiber Optic & Cable General Technical Information," http://www.princetel.com/datasheets/ESKA_GK-40.pdf.

233. I. Yakasai, E. P. Abas, F. S. Kaijage, W. Caesarendra oraz F. Begum, "Proposal for a Quad-Elliptical Photonic Crystal Fiber for Terahertz Wave Guidance and Sensing Chemical Warfare Liquids," Photonics **6** (2019).

234. M. I. Hasan, N. Akhmediev oraz W. Chang, "Empirical formulae for dispersion and effective mode area in hollow-core antiresonant fibers," Journal of Lightwave Technology, 1-1 (2018).

235. K. Petermann, "Constraints for fundamental-mode spot size for broadband dispersion-compensated single-mode fibres," Electronics Letters **19**, 712-714 (1983).

236. M. Moenster, G. Steinmeyer, R. Iliew, F. Lederer oraz K. Petermann, "Analytical relation between effective mode field area and waveguide dispersion in microstructure fibers," Opt. Lett. **31**, 3249-3251 (2006).

237. I. Ayesta, J. Zubia, J. Arrue, A. M. Illarramendi oraz M. Azkune, "Characterization of Chromatic Dispersion and Refractive Index of Polymer Optical Fibers," Polymers **9** (2017).

238. G. A. Leal-Junior, A. R. C. Diaz, M. L. Avellar, J. M. Pontes, C. Marques oraz A. Frizera, "Polymer Optical Fiber Sensors in Healthcare Applications: A Comprehensive Review," Sensors **19** (2019).

239. J. R. Hayes, F. Poletti, M. S. Abokhamis, N. V. Wheeler, N. K. Baddela oraz D. J. Richardson, "Anti-resonant hexagram hollow core fibers," Opt. Express **23**, 1289-1299 (2015).

240. M. Maurel, M. Chafer, A. Amsanpally, M. Adnan, F. Amrani, B. Debord, L. Vincetti, F. Gérôme oraz F. Benabid, "Optimized inhibited-coupling Kagome fibers at Yb-Nd:Yag (8.5 dB/km) and Ti:Sa (30 dB/km) ranges," Optics Letters **43**, 1598-1601 (2018).

241. A. Argyros, "Microstructured Polymer Optical Fibers," Journal of Lightwave Technology **27**, 1571-1579 (2009).

242. J. Anthony, R. Leonhardt, S. G. Leon-Saval oraz A. Argyros, "THz propagation in kagome hollow-core microstructured fibers," Opt. Express **19**, 18470-18478 (2011).

243. J. Yang, J. Zhao, C. Gong, H. Tian, L. Sun, P. Chen, L. Lin oraz W. Liu, "3D printed low-loss THz waveguide based on Kagome photonic crystal structure," Opt. Express **24**, 22454-22460 (2016).

244. L. D. van Putten, J. Gorecki, E. Numkam Fokoua, V. Apostolopoulos oraz F. Poletti, "3D-printed polymer antiresonant waveguides for short-reach terahertz applications," Appl. Opt. **57**, 3953-3958 (2018).

245. A. Cruz, C. Cordeiro oraz M. Franco, "3D Printed Hollow-Core Terahertz Fibers," Fibers 6 (2018).

246. F. Jaillon, W. Zheng oraz Z. Huang, "Beveled fiber-optic probe couples a ball lens for improving depth-resolved fluorescence measurements of layered tissue: Monte Carlo simulations," Physics in Medicine and Biology **53**, 937-951 (2008).

247. S. Tang, W. Jung, D. T. McCormick, T. Xie, J. Su, Y.-C. Ahn, B. J. Tromberg oraz Z. Chen, *Design and implementation of fiber-based multiphoton endoscopy with microelectromechanical systems scanning* (SPIE, 2009).

248. G. Katona, G. Szalay, P. Maák, A. Kaszás, M. Veress, D. Hillier, B. Chiovini, E. S. Vizi, B. Roska oraz B. Rózsa, "Fast two-photon in vivo imaging with three-dimensional random-access scanning in large tissue volumes," Nature Methods **9**, 201 (2012).

249. J. J. Field, R. Carriles, K. E. Sheetz, E. V. Chandler, E. E. Hoover, S. E. Tillo, T. E. Hughes, A. W. Sylvester, D. Kleinfeld oraz J. A. Squier, "Optimizing the fluorescent yield in two-photon laser scanning microscopy with dispersion compensation," Optics Express **18**, 13661-13672 (2010).

250. J.-C. Diels oraz W. Rudolph, "9 - Diagnostic Techniques," w Ultrashort Laser Pulse Phenomena (Second Edition), J.-C. Diels orazW. Rudolph, eds. (Academic Press, 2006), pp. 457-489.

251. W. Wang, Y. Liu, P. Xi oraz Q. Ren, "Origin and effect of high-order dispersion in ultrashort pulse multiphoton microscopy in the 10 fs regime," Appl. Opt. **49**, 6703-6709 (2010).

252. R. Sjöback, J. Nygren oraz M. Kubista, "Absorption and fluorescence properties of fluorescein," Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy **51**, L7-L21 (1995).

253. R. Kasztelanic, A. Filipkowski, A. Anuszkiewicz, P. Stafiej, G. Stepniewski, D. Pysz, K. Krzyzak, R. Stepien, M. Klimczak oraz R. Buczynski, "Integrating Free-Form Nanostructured GRIN Microlenses with Single-Mode Fibers for Optofluidic Systems," Scientific Reports **8**, 5072 (2018).

254. S. Y. Ryu, H. Y. Choi, J. Na, W. J. Choi oraz B. H. Lee, "Lensed fiber probes designed as an alternative to bulk probes in optical coherence tomography," Appl. Opt. **47**, 1510-1516 (2008).

255. T. Schwander, B. Schwaderer oraz H. Storm, "Coupling of lasers to single-mode fibres with high efficiency and low optical feedback," Electronics Letters **21**, 287-289 (1985).

256. G.-J. Kong, J. Kim, H.-Y. Choi, J. E. Im, B.-H. Park, U.-C. Paek oraz B. H. Lee, "Lensed photonic crystal fiber obtained by use of an arc discharge," Opt. Lett. **31**, 894-896 (2006).

257. H. Y. Choi, S. Y. Ryu, J. Na, B. H. Lee, I.-B. Sohn, Y.-C. Noh oraz J. Lee, "Single-body lensed photonic crystal fibers as side-viewing probes for optical imaging systems," Opt. Lett. **33**, 34-36 (2008).

258. L. Xiao, W. Jin, M. S. Demokan, H. L. Ho, Y. L. Hoo oraz C. Zhao, "Fabrication of selective injection microstructured optical fibers with a conventional fusion splicer," Opt. Express **13**, 9014-9022 (2005).

259. L. Xiao, M. S. Demokan, W. Jin, Y. Wang oraz C. Zhao, "Fusion Splicing Photonic Crystal Fibers and Conventional Single-Mode Fibers: Microhole Collapse Effect," Journal of Lightwave Technology **25**, 3563-3574 (2007).

260. P. J. Bennett, T. M. Monro oraz D. J. Richardson, "Toward practical holey fiber technology:?fabrication, splicing, modeling, and characterization," Opt. Lett. **24**, 1203-1205 (1999).

261. B. Bourliaguet, C. Paré, F. Émond, A. Croteau, A. Proulx oraz R. Vallée, "Microstructured fiber splicing," Opt. Express **11**, 3412-3417 (2003).

262. J. Kim, M. Han, S. Chang, J. W. Lee oraz K. Oh, "Achievement of large spot size and long collimation length using UV curable self-assembled polymer lens on a beam expanding core-less silica fiber," IEEE Photonics Technology Letters **16**, 2499-2501 (2004).

263. R. B. Johnson, "Lenses," w Handbook of Optics, Volume I, M. Bass, ed. (McGraw-Hill, 2010), pp. 17.13-17.40.

264. J. Yu, H. Zeng, H. Lui, J. S. Skibina, G. Steinmeyer oraz S. Tang, "Characterization and application of chirped photonic crystal fiber in multiphoton imaging," Opt. Express **22**, 10366-10379 (2014).

265. "Fluoresceina, Karta Charakterystyki Substancji Chemicznej."

266. "Dinukleotyd flawinoadeninowy, Karta Charakterystyki Substancji Chemicznej."

267. L. Bachmann, D. M. Zezell, A. d. C. Ribeiro, L. Gomes oraz A. S. Ito, "Fluorescence Spectroscopy of Biological Tissues—A Review," Applied Spectroscopy Reviews **41**, 575-590 (2006).

268. "Optics of Fusion Splicing," w *Optical Fiber Fusion Splicing*, A. D. Yablon, ed. (Springer Berlin Heidelberg, 2005), pp. 91-135.

269. R. Thapa, K. Knabe, K. L. Corwin oraz B. R. Washburn, "Arc fusion splicing of hollow-core photonic bandgap fibers for gas-filled fiber cells," Opt. Express **14**, 9576-9583 (2006).

270. "Mechanics of Fusion Splicing," w *Optical Fiber Fusion Splicing*, A. D. Yablon, ed. (Springer Berlin Heidelberg, 2005), pp. 49-89.

271. H. Stawska, M. Popenda, Ł. Langer oraz E. B. Pawlik, "Application of the Hollow Core Fiber Ended with Fiber Microlens in the Multiphoton Excitation Setup," *2018 20th International Conference on Transparent Optical Networks (ICTON)*(2018), pp. 1-4.

272. F. Toor, S. Jackson, X. Shang, S. Arafin oraz H. Yang, "Mid-infrared Lasers for Medical Applications: introduction to the feature issue," Biomed. Opt. Express **9**, 6255-6257 (2018).

273. N. M. Israelsen, C. R. Petersen, A. Barh, D. Jain, M. Jensen, G. Hannesschläger, P. Tidemand-Lichtenberg, C. Pedersen, A. Podoleanu oraz O. Bang, "Real-time high-resolution mid-infrared optical coherence tomography," Light: Science & Applications **8**, 11 (2019).

13. Wykaz prac autora

Artykuły:

- Popenda, M. A.; Stawska, H. I.; Syperek, M. G.; Kosolapov, A.; Kolyadin, A.; Bereś-Pawlik, E. "Multiphoton fluorescence excitation and detection with a single negative curvature hollow core fiber", Laser Phys. Lett. 16(1), 015103 (2019), doi:10.1088/1612-202X/aaf177
- Stawska, H. I.; Popenda, M. A.; Bereś-Pawlik, E. "Combining hollow core photonic crystal fibers with multimode, solid core fiber couplers through arc fusion splicing for the miniaturization of nonlinear spectroscopy sensing devices", Fibers 6, 77 (2018), doi:10.3390/fib6040077
- 3. Stawska, H. I.; Popenda, M. A.; Bereś-Pawlik, E. "Anti-resonant hollow core fibers with modified shape of the core for the better optical performance in the visible spectral region a numerical study", Polymers **10**, 889 (2018), doi:10.3390/polym10080899
- Popenda, M. A.; Stawska, H. I.; Mazur, L. M.; Jakubowski, K.; Kosolapov, A.; Kolyadin, A.; Bereś-Pawlik, E. "Application of negative curvature hollow-core fiber in an optical fiber sensor setup for multiphoton spectroscopy", Sensors 17, 2278 (2017), doi:10.3390/s17102278
- Bereś-Pawlik, E.; Stawska, H. I.; Śliwa, M.; Sokół, W.; Kulas, Z.; Kłonowski, Ł.; Popenda, M. A.; Kochanowicz, M.; Żmojda, J.; Dorosz, D. "Fiber fluorescent spectroscopy", Photonics Lett. Pol. 6(2), 62-64 (2014), doi:10.4302/plp.2014.2.05
- Sójka, Ł.; Pajewski, Ł.; Popenda, M. A.; Bereś-Pawlik, E.; Lamrini, S.; Markowski, K.; Osuch, T.; Benson, T.; Seddon, A.; Sujecki, S. "Experimental investigation of mid-infrared laser action from Dy3+Doped fluorozirconate fiber", IEEE Photonics Technol. Lett. 30(12), 1083-1086 (2018), doi: 10.1109/LPT.2018.2832009

Konferencje:

- 1. Stawska, H. I.; Popenda, M. A.; Langer, Ł.; Bereś-Pawlik, E. "Application of the hollow core fiber ended with fiber microlens in the multiphoton excitation setup", 20th International Conference on Transparent Optical Networks (ICTON), 1-5 July 2018, Bucharest, Romania, 2018, doi:10.1109/ICTON.2018.8473903.
- 2. Bereś-Pawlik, E.; Popenda, M. A.; Stawska, H. I. "Comparison of fiber optic spectroscopy methods", 19th International Conference on Transparent Optical Networks (ICTON), 2-6 July 2017, Girona, Catalonia, Spain, 2017, doi:10.1109/ICTON.2017.8024929
- 3. Popenda, M. A.; Stawska, H. I.; Bereś-Pawlik, E. "Multiphoton fluorescence spectroscopy optical fiber sensor", Optical Fibers and Their Applications 2017, 23-27 January 2017, Supraśl, Poland, 2017, doi:10.1117/12.2271071
- Bereś-Pawlik, E.; Stawska, H. I.; Popenda, M. A.; Pajewski, Ł.; Malinowska, N.; Hossa, R. "Multiphoton, optical fiber - based fluorescence spectroscopy", Laser Technology 2016: Progress and Applications of Lasers, 27-30 September 2016, Jastarnia, Poland, 2016, doi:10.1117/12.2262494
- Popenda, M. A.; Pajewski, Ł.; Grzebieniak, Z.; Bereś-Pawlik, E. "Fluorescence lifetime measurements with all-fiber optical setup for non-invasive in-vivo diagnostics", 17th International Conference on Transparent Optical Networks (ICTON), 5-9 July 2015, Budapest, Hungary, 2015, doi:10.1109/ICTON.2015.7193676