

# Diplomarbeit

## Charakterisierung der Zerstörschwellen von Reflexionsoptiken für gepulste Laserstrahlung

Sommer, Katharina

geb. am 07.10.1981 in Zwickau

Studiengang Physikalische Technik  
Studienrichtung Physikalische Technologien

Westsächsische Hochschule Zwickau (FH)  
Fachbereich Physikalische Technik/Informatik  
Fachgruppe Physikalische Technik

Betreuer, Einrichtung: Prof. Dr. Peter Hartmann, WH Zwickau (FH)  
Dr. Stefan Braun, Fraunhofer IWS, Dresden

Abgabetermin:

## Inhaltsverzeichnis

Inhaltsverzeichnis .....	I
Aufgabenstellung .....	II
Formelzeichen- und Abkürzungsverzeichnis .....	III
1. Einleitung .....	1
2. Theoretische Grundlagen.....	3
2.1. Dielektrische Vielschichtenspiegel für Laseranwendungen .....	3
2.1.1. Herstellung der dielektrischen Schichten .....	4
2.1.2. Ionenstrahlputtern .....	5
2.2. Bestimmung der laserinduzierten Zerstörschwelle optischer Oberflächen .....	7
2.2.1. Bestimmung der laserinduzierten Zerstörschwelle optischer Oberflächen nach EN ISO 11254-1 .....	8
2.2.2. Auslegung der Ergebnisse der Zerstörschwellenprüfung .....	9
2.2.3. Beschädigungsmorphologien .....	10
2.2.4. Defekte .....	12
3. Zerstörschwellenbestimmung und Auswertung.....	14
3.1. Das zeitliche Pulsprofil.....	14
3.2. Das räumliche Strahlprofil .....	14
3.3. Messaufbau .....	15
3.4. Messungenauigkeit .....	16
3.5. Auswerteverfahren der aufgenommenen Messdaten.....	17
3.6. Messergebnisse an Einzelschichten.....	21
3.6.1. Abhängigkeit LIDT von der Vorbehandlung des Substrates .....	23
3.6.2. Abhängigkeit LIDT vom O <sub>2</sub> -Fluss im Plasmagas.....	26
3.6.3. Abhängigkeit LIDT von der Beschichtungsrate .....	28
3.6.4. Abhängigkeit LIDT von der Temperbehandlung.....	29
3.7. Messergebnisse an Vielschichtenspiegeln für 1064 nm .....	33
3.7.1. Einfluss der Temperbehandlung auf die Zerstörschwelle der Vielschichtenspiegel.....	39
4. Einfluss der Partikelbelegung auf die Zerstörschwelle.....	42
5. Zusammenfassung und Ausblick.....	47
Anhang A1 .....	48
Anhang A2.....	49
Anhang A3.....	50
Abbildungsverzeichnis.....	51
Tabellenverzeichnis .....	54
Quellenverzeichnis .....	55

## Aufgabenstellung

Der Einsatz von Lasern, z.B. in der Materialbearbeitung, Medizin und Messtechnik, hat sich in den letzten Jahren viele neue Anwendungsmöglichkeiten erschlossen. Zur Strahlformung des Laserlichtes werden qualitativ hochwertige Optiken, wie Linsen und Spiegel, benötigt. Für den Einsatz von Laserspiegeln sind hohe Reflexionsgrade und lange Lebensdauern der Optiken erforderlich. Insbesondere bei hohen Leistungsdichten, die z.B. bei gepulsten Lasern mit Pulslängen im Nano- und Pikosekundenbereich auftreten, kann es zur Schädigung der Reflexionsoptiken kommen. Da die Schicht, aufgrund ihres größeren Oberflächen-Volumenverhältnisses, in der Regel der begrenzende Faktor für die Zerstörfestigkeit ist, müssen die Parameter bei der Schichtherstellung gut reproduzierbar sein. Um diese Bedingung zu erfüllen, wird das Verfahren des Ionenstrahlputterns verwendet. Zur Charakterisierung der dielektrischen Multischichten sollen die Zerstörschwellen bestimmt werden. Dazu wird ein Messaufbau realisiert, bei dem Bestrahlungsexperimente mit einem gütegeschalteten Nd:YAG-Laser (Wellenlänge  $\lambda = 1064 \text{ nm}$ ) durchgeführt werden können. Mit Hilfe des Messaufbaus sollen zunächst an Einzelschichten ( $\text{TiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SiO}_2$ ), die am besten geeigneten dielektrischen Schichten und entsprechenden Herstellungsparameter bezüglich ihrer Zerstörschwelle ermittelt werden. Aufbauend auf diesen Ergebnissen, werden dielektrische Multischichten hergestellt. Dabei wird das Schichtdesign variiert und erneut die Zerstörschwellen bestimmt. Ziel ist es, ein Schichtdesign für die Reflexionsoptiken zu finden, welches eine hohe Zerstörschwelle bezüglich der verwendeten Laserwellenlänge aufweist.

---

## Formelzeichen- und Abkürzungsverzeichnis

**Formelzeichen:**

d .....	Schichtdicke der hochbrechenden Schicht	
d' .....	Schichtdicke der niedrigbrechenden Schicht	
f <sub>p</sub> .....	Pulswiederholrate	[Hz]
h .....	Gesamtzahl der Schichten	
k .....	Extinktionskoeffizient	
l .....	Anzahl der niedrigbrechenden Schichten	
m .....	Anstieg der linearen Funktion	
n .....	Brechungsindex der Schicht (höher brechend)	
n' .....	Brechungsindex der Schicht (niedriger brechend)	
n <sub>s</sub> .....	Brechungsindex des Substrates	
n <sub>l</sub> .....	Brechungsindex der Luft	
p .....	Wahrscheinlichkeit	
s .....	Abstand zur Linse	
u <sub>x</sub> .....	zufällige Messunsicherheit	
u .....	Zerstörwahrscheinlichkeit	[%]
w .....	Strahldurchmesser	
D <sub>1</sub> , D <sub>2</sub> , D <sub>3</sub> .....	Schichtdicken	
F .....	Energiedichte	[J/cm <sup>2</sup> ]
H <sub>50%</sub> .....	Zentrum des Übergangsbereichs bei der S-Funktion	
ΔH .....	Breite des Übergangsbereichs bei der S-Funktion	
N .....	Probenanzahl	
P .....	Leistung	[W]
R .....	Reflexionsgrad	
S .....	Standardabweichung	
γ .....	Schichtdickenverhältnis	
σ .....	Rauheit	

**Abkürzungen:**

AFM .....	Atomic Force Microscopy	
CVD .....	Chemical Vapor Deposition	
eV .....	Elektronenvolt: Einheit der Energie	
FWHM .....	Definition der Pulsdauer (full width at half maximum)	
HR .....	High-reflective	
IBSD .....	Ion Beam Sputter Deposition	
LIDT .....	Laser Induced Damage Threshold	[J/cm <sup>2</sup> ]
PLD .....	Pulsed Laser Deposition	
PVD .....	Physical Vapor Deposition	
RLG .....	Ring Laser Gyro Mirror	
sccm .....	Standard-Kubikzentimeter	
SEM .....	Scanning Electron Microscopy	
TEM .....	Tunneling Electron Microscopy	

## 1. Einleitung

Optische Komponenten können durch Laserstrahlung ausreichend hoher Leistung beschädigt werden. Daher wird seit Beginn der Entwicklung von Hochleistungslasern die Ausgangsleistung dieser durch die Zerstörfestigkeit als Maß für die Belastbarkeit der verwendeten optischen Komponenten begrenzt. Aufgrund des großen Oberflächen-Volumen-Verhältnisses der Schichten limitieren deren laserinduzierte Zerstörschwellen die maximale Laserleistung. Um diese heraufzusetzen, mussten Beschichtungsmaterialien für Einzel- und Multischichten gefunden werden, die eine hohe Zerstörschwelle besitzen. Dazu wurden auch große Anstrengungen in die Untersuchung des Einflusses der verschiedenen Dünnschichttechniken unternommen. Ebenfalls wurde viel Arbeit in das theoretische Verständnis der laserinduzierten Zerstörschwellen gesteckt, um die fundamentalen Beschädigungsmechanismen von dielektrischen optischen Schichten aufzuklären und so die Optimierung der Schichten voranzutreiben. Zur Kontrolle der Qualität von optischen Dünnschichten kommen deshalb Tests zur Zerstörschwellenbestimmung zum Einsatz. Zur Zerstörschwellenbestimmung existiert eine Reihe von verschiedenen Methoden. Deren Ergebnisse sind aber nur schwer miteinander vergleichbar, da die laserinduzierten Zerstörschwellen von Dünnschichten nicht nur von den Herstellungsbedingungen der Probe, sondern auch von den experimentellen Bedingungen abhängig sind. Dabei wären zu nennen: Fokussdurchmesser, Wellenlänge, Pulsdauer der verwendeten Laserstrahlung etc. Um diese Messergebnisse miteinander vergleichbar zu machen, wurde in der EN ISO 11254-1 eine Standardmethode zur Messung der laserinduzierten Zerstörschwelle festgelegt.

In vorliegender Diplomarbeit soll die Ermittlung der Zerstörschwellen aufbauend auf dieser Norm vorgenommen werden. Im ersten Teil wird zunächst auf die theoretischen Grundlagen des Schichtdesigns von dielektrischen Spiegeln eingegangen. Anschließend erfolgt eine kurze Darstellung des Ionenstrahlspatters (engl.: Ion Beam Sputter Deposition) als geeignetes Verfahren zur Herstellung der verwendeten Schichten. Daraufhin erfolgt die Vorstellung der Methode zur Ermittlung der laserinduzierten Zerstörschwellen. Zum Abschluss des Theorieteils werden die bei den Beschusseexperimenten auftretenden Beschädigungsmorphologien vorgestellt, sowie deren mögliche Entstehungsursachen anhand einiger Veröffentlichungen diskutiert. Im experimentellen Teil wird die verwendete Versuchsanordnung dargestellt und die durch die Experimente gewonnenen Ergebnisse präsentiert und diskutiert. Am Ende werden die

---

gewonnenen Resultate zusammengefasst und ein Ausblick auf weitere notwendige Untersuchungen gegeben.

## 2. Theoretische Grundlagen

### 2.1. Dielektrische Vielschichtenspiegel für Laseranwendungen

Für Hochleistungslaseranwendungen werden hohe Ansprüche an die Laserspiegel gestellt. Oftmals sind die erforderlichen hohen Reflexionsgrade mit Metallspiegeln nicht erreichbar. Auf optischen Oberflächen, wie z.B. Gläsern, können dünne Schichten aufgebracht und damit die Reflexionseigenschaften stark verändert werden. An diesen Schichten kommt es zu Interferenzen, aus denen Ent- oder Verspiegelungen, d.h. Reflexionsverminderung bzw. -erhöhung, resultieren [1]. Dabei sind sowohl das Schichtmaterial und -design als auch die Herstellung der Dünnschichten von entscheidender Bedeutung. Eine mögliche Form von Dünnschichtlaserspiegeln ist ein Stapel von dielektrischen Schichten aus hoch- und niedrigbrechenden, transparenten Materialien auf einem Substrat. Die optische Dicke der jeweiligen Schicht ist dabei  $n \cdot d = n' \cdot d' = \lambda / 4$ . Dieses Design führt zu einer konstruktiven Überlagerung der an den Grenzflächen reflektierten Lichtwellen, da der Phasensprung an den Grenzflächen von optisch dicht zu optisch dünn vermieden wird. Unter der Voraussetzung geringer Schichtabsorptionen führen große Schichtzahlen zu hohen Reflexionsgraden bis zu über 99,99%. In Abbildung 2-1 ist der Schichtaufbau eines Vielschichten-Spiegels dargestellt

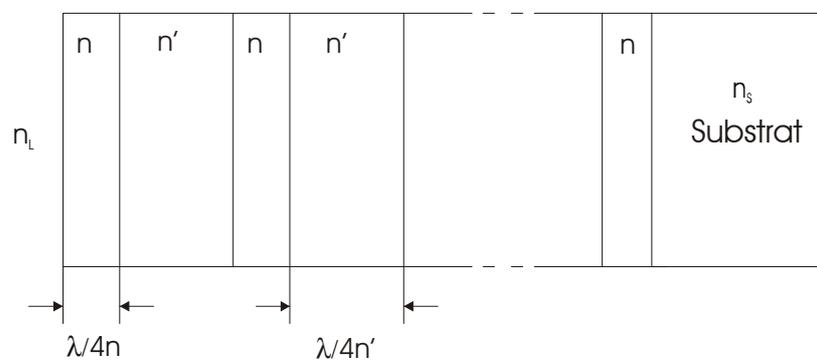


Abbildung 2-1: Aufbau eines Vielschichten-Spiegels nach [1]

Der Reflexionsgrad bei der Zentralwellenlänge mit den Brechungsindizes der Schichten  $n$ ,  $n'$  ( $n > n'$ ), des Substrates  $n_s$  ( $n > n_s$ ) und der Luft  $n_L$ , sowie der Anzahl der niedrigbrechenden Schichten  $l$  ergibt sich bei senkrechtem Lichteinfall zu:

$$R = \left[ \frac{n^2 (n/n')^{2l} - n_L n_s}{n^2 (n/n')^{2l} + n_L n_s} \right]^2 \quad (2-1)$$

Die Gesamtzahl der Schichten ist ungerade:

$$h = 2l + 1 \quad (2-2)$$

Dieses Design besitzt ein Maximum an Reflektivität bei der geringsten Anzahl von Schichten. Untersuchungen haben gezeigt, dass der Vektor des elektrischen Feldes seinen Maximalpeak an der Grenzfläche zwischen den beiden äußersten Schichten hat [2]. Gewöhnlich sind die Grenzflächen wegen ihrer Absorption und mikrokristalliner Phasenversätze zwischen den zwei Schichtmaterialien schwächer [12]. Um den Maximalpeak von der äußersten Grenzfläche wegzuschieben und somit eine erhöhte Zerstörfestigkeit zu erhalten, wird auf den Schichtstapel, wie in Abbildung 2-2 dargestellt, als äußerste Schicht ein Material mit niedrigem Brechungsindex (meist  $\text{SiO}_2$ ) und einer Dicke von  $\lambda/2$  aufgebracht. Dadurch befindet sich das erste Intensitätsmaximum des elektrischen Feldes nahezu mittig in der äußersten Schicht. Die nachfolgenden Maxima des elektrischen Feldes können von den Grenzflächen weggeschoben werden, indem die nächst äußeren Schichten als asymmetrische Paare mit hohem und niedrigem Brechungsindex gestaltet werden. Dabei kann die Schichtdicke mit abnehmender Intensität der elektrischen Feldstärke allmählich auf  $\lambda/4$  gesetzt werden. Dieses Design beeinträchtigt nicht die Reflektivität der Laserspiegel [2]. Außer dem Schichtdesign ist sowohl die Qualität der Substratoberfläche als auch das verwendete Dünnschichtverfahren für die Produktion von Laserspiegeln mit sehr hohen Reflexionsgraden entscheidend.

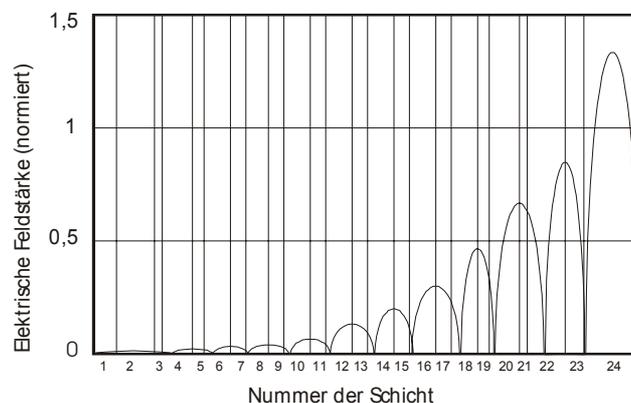


Abbildung 2-2: Verteilung der Elektrischen Feldstärke in einem Vielschichtenspiegel für hohe laserinduzierte Zerstörschwellen nach [2]

### 2.1.1. Herstellung der dielektrischen Schichten

Es gibt eine große Anzahl verschiedener Techniken zur Herstellung von dünnen Schichten für optische Anwendungen. Die wichtigsten Kategorien dabei sind die Physikalische Gasphasenabscheidung (PVD) und die Chemische Gasphasenabscheidung (CVD). Bei

der Herstellung von Interferenzoptiken spielen hauptsächlich die PVD-Prozesse eine entscheidende Rolle [3]. PVD-Prozesse werden unter Vakuumbedingungen ausgeführt und basieren auf rein physikalischen Effekten, die nur gelegentlich von ungewollten chemischen Reaktionen begleitet werden. Chemische Reaktionen können durch Einlass von reaktiven Gasen in die Beschichtungskammer absichtlich herbeigeführt werden. Diese können genutzt werden um Schichten mit stöchiometrischer chemischer Zusammensetzung in einem reaktiven Abscheidungsprozess herzustellen. Bei diesen reaktiven Prozessen wird die Reaktivität durch das Vorhandensein von Gasentladungsplasmen positiv beeinflusst. Alle genannten Prozesse werden genutzt, um Schichtdicken im Bereich von einigen Nanometern bis zu mehreren Mikrometern abzuscheiden. Einzel- oder Multischichten können entweder homogen oder mit einem gewissen Gradienten in der Zusammensetzung abgeschieden werden.

Verschiedene Arbeiten [4, 5, 26] haben gezeigt, dass die Leistungsfähigkeit einer Laseroptik entscheidend durch das verwendete Beschichtungsverfahren bestimmt wird. Die Ursache dafür ist der Einfluss des Abscheideprozesses auf die Mikrostruktur der Schicht, welche die Qualität der Beschichtung bestimmt [6]. So reicht die Energie der Beschichtungsteilchen von 0,1 eV bis 0,3 eV bei den thermischen Prozessen nicht aus, um eine kompakte und stabile Schicht zu bilden. Es entsteht eine poröse säulenförmige Mikrostruktur mit schlechteren mechanischen und optischen Eigenschaften als die der entsprechenden Festkörpermaterialien. Zur Verbesserung dieser Schichtstrukturen sind höhere Teilchenenergien von mehreren Elektronenvolt bis zu einigen hundert Elektronenvolt notwendig. Diesen Vorteil bieten Ionen- und PLD-Prozesse. Da die Ionenprozesse eine höhere Beschichtungsrate als die PLD-Prozesse aufweisen, sind diese bei der geforderten hohen Stabilität wirtschaftlicher und für die Herstellung von Laserspiegeln sehr aussichtsreich. Nachfolgend soll das für diese Arbeit verwendete Ionenstrahlputtern näher beschrieben werden.

### **2.1.2. Ionenstrahlputtern**

Seit seiner erstmaligen Durchführung Ende der 1970er Jahre hat sich die Technologie des Ionenstrahlputterns rasant zu einem High End Prozess zur Abscheidung komplexer optischer Schichtsysteme mit ausgezeichneter Qualität entwickelt [7, 14]]. Zur Herstellung der für diese Arbeit zu verwendenden Schichten wird das Ionenstrahlputtern (engl.: Ion Beam Sputtering Deposition: IBSD) eingesetzt. Dieses Verfahren bietet die Vorteile von extrem niedrigen optischen Beugungsverlusten und damit verbundenen hohen Reflektivitäten, minimalen thermischen Wellenlängenverschiebungen, geringen Defektdichten und relativ niedrigen Prozesstemperaturen. Das Grundprinzip des

Ionenstrahlsputterprozesses ist in Abbildung 2-3 dargestellt. In einer Hochvakuumkammer werden Ionen mit typischen Energien von 0,5 keV bis 2 keV durch eine Ionenkanone erzeugt und auf ein Target, welches aus dem abzuscheidenden Material besteht, fokussiert. Durch die Übertragung des Impulses der aufprallenden Ionen auf das Target werden von diesem Atome emittiert. Dabei umfassen diese Atome kinetische Energien von einigen eV bis zu mehreren 10 eV [7]. Bei richtiger Justage der Bestandteile der Beschichtungsanlage erreichen die Atome das auf einem rotierenden Substrathalter befestigte Substrat und kondensieren auf diesem zu einer Schicht. Bei dem IBSD-Verfahren wird der Kondensationsprozess durch die relativ hohe Energie der adsorbierten Atome bestimmt, was zu einer amorphen Mikrostruktur mit hoher Dichte und Stabilität führt [8]. Im Gegensatz zur Thermischen Abscheidung, wo die adsorbierten Atome auf wenige Zehntel eV durch die Verdampfungstemperatur begrenzt sind, ist die Beweglichkeit der adsorbierten Atome bei IBSD auf der Oberfläche der aufwachsenden Schicht viel größer. Dadurch sind diese nicht an einen festen Ort gebunden und können die optimale Position in der Schichtstruktur einnehmen. Die daraus resultierende Schichtstruktur ist nahezu ideal und wird als die derzeit bestmögliche erreichbare Mikrostruktur für optische Schichten angesehen [7]. Es ist die einzige geeignete Methode, die die erforderlichen geringen Verluste von weniger als drei tausendstel Prozent zur Herstellung von Ring Laser Gyro – Spiegeln (RLGs) liefert [2].

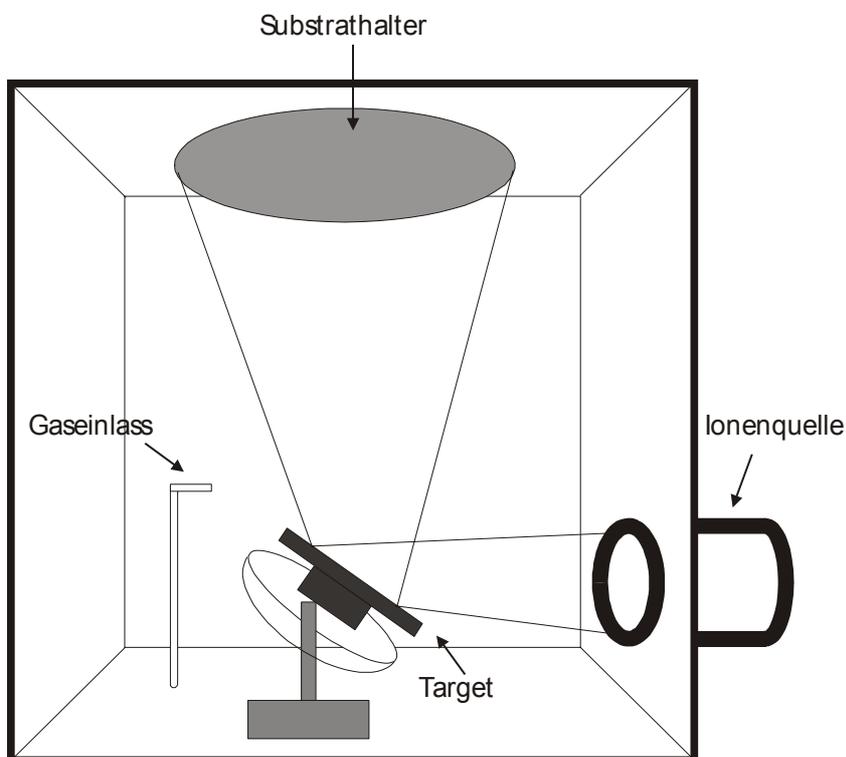


Abbildung 2-3: Darstellung des Grundprinzips des IBSD-Prozesses nach [7]

## 2.2. Bestimmung der laserinduzierten Zerstörschwelle optischer Oberflächen

Schon in der frühzeitigen Entwicklung der Lasersysteme wurde festgestellt, dass optische Komponenten ab einer bestimmten Laserleistung beschädigt werden. Dabei ist die Wahrscheinlichkeit einer Beschädigung der Oberfläche bei einer gegebenen Bestrahlungsleistung normalerweise höher als die Beschädigungswahrscheinlichkeit des Festkörpermateri als [9]. Somit wird die Zerstörschwelle der optischen Komponente üblicherweise durch seine Oberfläche bestimmt. Dabei wird die laserinduzierte Zerstörschwelle der optischen Schichten durch viele verschiedene Parameter beeinflusst. In ist eine Auswahl dieser Parameter aufgeführt.

Tabelle 1: Parameter, die die laserinduzierte Zerstörschwelle von optischen Schichten beeinflussen nach E.Hacker et al. [23]

Kategorie	Beispiele
Parameter des Lasersystems	Strahldurchmesser, Pulslänge, Frequenz, Mode
Optische Eigenschaften	Brechungsindex, Absorption, Streuung
Mechanische Eigenschaften	Druck-/Zugbelastung, Adhäsion, Elastizität, Dichte
Thermische Eigenschaften	Thermische Leitfähigkeit, Wärmekapazität
Zusammensetzungseigenschaften	Stöchiometrie, chemische Zusammensetzung, Kontaminationen
Kristallographische Eigenschaften	Polymorphismus, Kristallinität, Amorphizität
Mikrostrukturelle Eigenschaften	Korngröße, Porösität, Korngrenzen, Farbzentren, schwache Bindungen, Brüche
Oberflächenmorphologie	Oberflächenrauigkeit, Kontaminationen, Substratbehandlung, Konzentrationsprofile
Schichtdesign	Verteilung der Elektrischen Feldstärke, Deckschichten
Anwendungsbedingungen	Umgebung, vorhergehende Bestrahlung, Wassergehalt, Staub, Reinigung, Handhabung, Lagerung

Zur Charakterisierung der laserinduzierten Zerstörschwelle stehen verschiedene Prüfverfahren zur Verfügung. Hier sollen die vier Gebräuchlichsten, die auch in Abbildung 2-4 dargestellt sind, kurz vorgestellt werden. Zum einen gibt es die 1-auf-1-Prüfung, welche aus der Bestrahlung eines jeden Prüfpunktes mit einem einzelnen Schuss einer Energiedichte besteht. Diese Methode ist durch die oben genannte EN ISO 11254-1 genormt [10] und auf diese soll im anschließenden Kapitel 2.2.1 besonders eingegangen werden, da sie für den experimentellen Teil der vorliegenden Arbeit Anwendung finden wird. Des Weiteren gibt es die S-auf-1-Prüfung, bei der mehrere Pulse (typisch 600) einer Energiedichte auf einen Prüfpunkt abgegeben werden und die R-auf-

1-Prüfung, bei der ein Prüfpunkt mit mehreren Schüssen (typisch 600) mit kontinuierlich steigender Leistungsdichte beaufschlagt wird. Eine letzte übliche Methode ist die N-auf-1-Prüfung, die ähnlich der R-auf-1-Prüfung nur mit einer geringen Anzahl von Schüssen (typisch 5 bis 10) erfolgt. Dabei ist zu beachten, dass der erhaltene Wert der laserinduzierten Zerstörschwelle von der Testmethode abhängig ist. Im Falle des rampenartigen Anstiegs von niedrigen zu hohen Leistungsdichten kann es zu einer Anhebung des Zerstörschwellenniveaus kommen. Damit sind die Methoden R-auf-1 und N-auf-1 eher für die Bestimmung abhängiger laserinduzierter Zerstörschwellen geeignet.

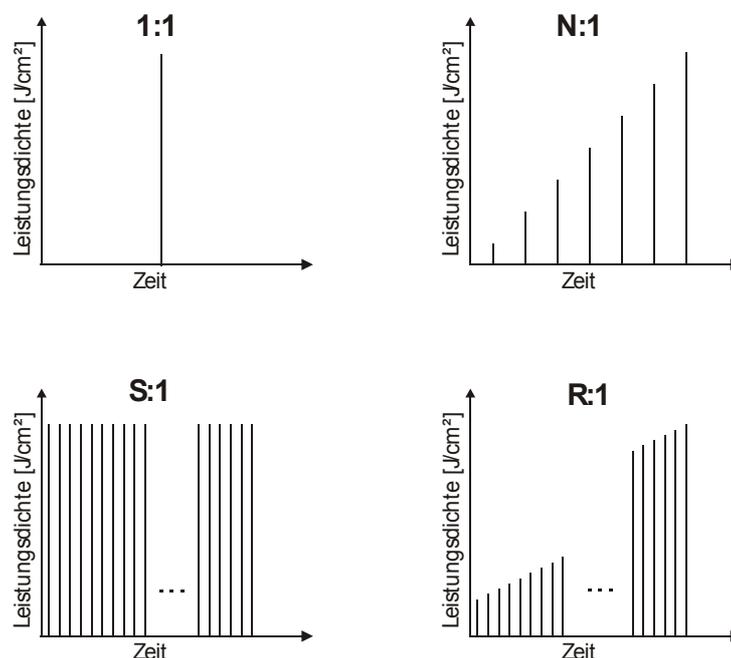
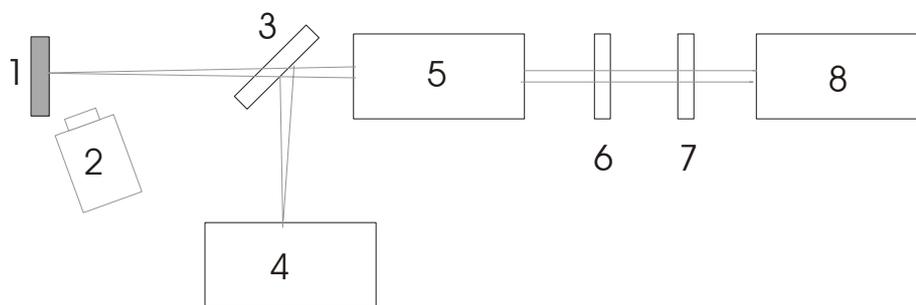


Abbildung 2-4: Illustration der 4 typischen Methoden (1:1, N:1, S:1 und R:1) zur Zerstörschwellenprüfung [11] S.311

### 2.2.1. Bestimmung der laserinduzierten Zerstörschwelle optischer Oberflächen nach EN ISO 11254-1

Diese Norm gilt nur für 1-auf-1-Prüfungen, ist aber für alle Laserwellenlängen und Pulsdauern anwendbar. Bei diesem Verfahren wird eine Probe an unterschiedlichen Stellen bezüglich des Laserstrahls positioniert und mit verschiedenen Leistungsdichten bestrahlt. Dabei wird sie jeweils vor und nach der Bestrahlung zur Detektion von Schäden mikroskopisch untersucht. Für die Zerstörschwellenprüfung wird in der EN ISO 11254-1 folgender prinzipieller Aufbau laut Abbildung 2-5 angegeben. Die Leistung der Laserstrahlung wird über einen variablen Abschwächer und einem Strahlteiler, zur

Auskopplung eines Teils der Laserstrahlung zur Diagnostik, auf die Probe fokussiert. Die Probe ist verschiebbar auf einem Halter befestigt, um die verschiedenen Bestrahlungspunkte einzustellen. Gefordert sind hier mindestens 10 Orte für jede Leistungsdichte. Wobei die Leistungsdichtewerte so gewählt werden sollen, dass sowohl Punkte mit minimaler Zerstörungswahrscheinlichkeit als auch Punkte mit 100 % Zerstörungswahrscheinlichkeit auftreten. Nach der mikroskopischen Untersuchung mit einer Vergrößerung von 100x bis 150x können die Wahrscheinlichkeiten der Zerstörung bei den einzelnen Leistungsdichten grafisch dargestellt werden. Die Zerstörschwelle der Schicht ergibt sich dann aus der linearen Extrapolation der Zerstörwahrscheinlichkeit gegen die Wahrscheinlichkeit Null.



- |                         |                               |
|-------------------------|-------------------------------|
| 1 Probe                 | 2 Online-Zerstörungsdetektion |
| 3 Strahlteiler          | 4 Strahlanalyse               |
| 5 Fokussiersystem       | 6 Verzögerungsplatte          |
| 7 Variabler Abschwächer | 8 Lasersystem                 |

Abbildung 2-5: Grundprinzip für die 1:1-Prüfung von laserinduzierten Zerstörschwellen nach [10]

### 2.2.2. Auslegung der Ergebnisse der Zerstörschwellenprüfung

Bei der Auswertung der Ergebnisse der Zerstörschwellenmessungen sind viele Parameter zu beachten. Dies macht es auch so schwierig die Beschädigungskriterien während des Tests zu verstehen. Zum Beispiel spielt die Auflösung des Detektionssystems (z.B. Mikroskop) eine entscheidende Rolle bei der Ermittlung der Zerstörschwelle. Mit steigender Auflösung sind auch kleinere Defekte feststellbar. Somit ist die bestimmte laserinduzierte Zerstörschwelle scheinbar geringer als die mit einem Messsystem niedrigerer Auflösung. Außerdem macht es einen Unterschied, ob begrenzte Beschädigungen in der Schicht akzeptiert werden oder nicht. Um diese Diskrepanz zu lösen, kann eine Auslösungs- und eine Wachstumszerstörschwelle definiert werden [12]. Auch das insgesamt bestrahlte Testgebiet, welches durch den Durchmesser des verwendeten Laserstrahls und der Anzahl der Bestrahlungspunkte bestimmt wird, hat Einfluss auf die Zerstörschwelle. Schichtdefekte sind statistisch über die Oberfläche verteilt und unterschiedliche Defekte

können unterschiedliche Beschädigungsresistenzen haben. Daraus folgt, dass die Genauigkeit der Zerstörschwelle mit größerem Testgebiet, z.B. durch größere Laserstrahldurchmesser oder Abscannen einer großen Fläche, steigt. Ebenfalls ist die laserinduzierte Zerstörschwelle stark von der verwendeten Pulslänge abhängig. Zur Berechnung von Zerstörschwellen für andere Pulslängen kann folgende Skalierungsgleichung verwendet werden:

$$F_D = F_{D_t} \cdot \left( \frac{\tau}{\tau_t} \right)^b \quad (2-3)$$

Dabei ist  $F_D$  die Zerstörschwelle bei der zu verwendenden Pulslänge,  $F_{D_t}$  die Zerstörschwelle bei der getesteten Pulslänge,  $\tau$  die zu verwendende Pulslänge,  $\tau_t$  die beim Test verwendete Pulslänge und  $b$  der Skalierungsfaktor. Da die Beschädigungsmechanismen von der Pulslänge abhängig sind, können nur über begrenzte Pulslängenbereiche einfache Skalierungsfaktoren  $b$ , wie z.B. der für Beschichtungen experimentell empirisch ermittelte Skalierungsfaktor  $b = 0,35$  für Pulslängen im ns-Bereich, verwendet werden [12].

### 2.2.3. Beschädigungsmorphologien

Um potentielle auslösende Beschädigungsmechanismen begrenzen zu können, müssen diese verstanden werden. Und um darüber Erkenntnis zu erlangen, wurden die Beschädigungsmorphologien, die bei Beschuss mit Laserpulsen entstehen, untersucht. Dabei wurden vier verschiedene Beschädigungsformen in optischen Dünnschicht-Reflektoren gefunden: knotenförmige Ausstoßvertiefungen, Vertiefungen mit flachem Boden, Plasmaverbrühungen und Ablösungen, auch Delamination genannt [11]. Diese sind zum besseren Verständnis in Abbildung 2-6 am Beispiel einer Hf-SiO<sub>2</sub>-Multischicht dargestellt. In Tabelle 2 sind die Anzahl der betroffenen Schichten und die typischen Durchmesser der Beschädigungsformen, erneut am Beispiel von Hf-SiO<sub>2</sub>-Multischichten, zusammengestellt.

Die Charakterisierung dieser Morphologien erfolgt standardmäßig mit optischer Mikroskopie, da diese Methode einfach zu handhaben, kostengünstig und für in-situ-Messungen leicht in den Messaufbau integrierbar ist sowie keine Probenmodifikation verursacht. Der entscheidende Nachteil bei der optischen Mikroskopie ist die beugungsbegrenzte Auflösung von etwa 1  $\mu\text{m}$ . Außerdem erhält man keine chemischen, thermischen oder mikrostrukturellen Informationen. Weitere

Charakterisierungsmethoden sind SEM, TEM und AFM, mit denen hohe Auflösungen erreichbar sind. Ein weiteres nützliches Verfahren zur Beschreibung der Defekte ist die Photothermische Mikroskopie.

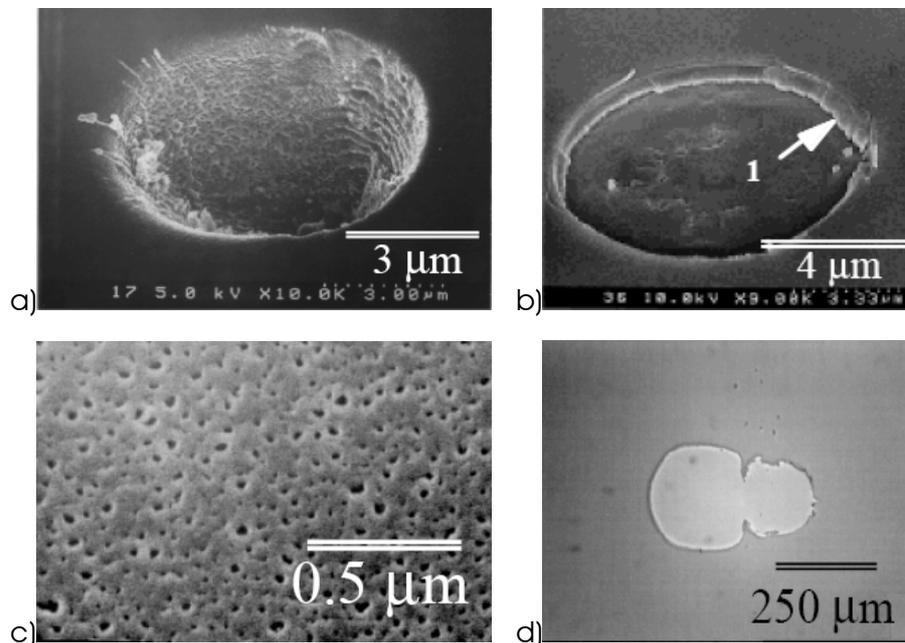


Abbildung 2-6: Beispiele für die 4 typischen Beschädigungsmorphologien: a) REM-Aufnahme einer knotenförmigen Ausstoßvertiefung auf einem Hf-SiO<sub>2</sub>-Multischicht-Spiegel; b) REM-Aufnahme einer Vertiefung mit flachem Boden auf einer Hf-SiO<sub>2</sub>-Multischicht; c) REM-Aufnahme einer Verbrühung nach einem Einzelschuss auf einen Hf-SiO<sub>2</sub>-Multischicht-Spiegel; d) Optische Nomarski-Mikroskopie einer Ablösung von der Oberfläche einer Hf-SiO<sub>2</sub>-Multischicht (Quelle: [11])

Tabelle 2: Typische Anzahl der betroffenen Schichten und typische Durchmesser von Vertiefungen, Vertiefungen mit flachem Boden, Verbrühungen und Ablösungen nach Einzelbeschuss von Hf-SiO<sub>2</sub>-Multischichten mit 3-ns-Laserpulsen nach [11]

	Vertiefung	Vertiefung mit flachem Boden	Verbrühung	Ablösung
typische Anzahl betroffener Schichten	2...50	2, 4, oder 6	1	1
typischer maximaler Durchmesser [µm]	20	30	300	400

Als erste Beschädigungsform gibt es die laserinduzierten Vertiefungen. Wobei in optischen Schichten zwei typische Varianten von Vertiefungen auftreten: Die knotenförmigen Ausstoßvertiefungen und die Vertiefungen mit flachem Boden. Erstere entstehen, wenn mikrometergroße Defekte bis zum Ausstoß erhitzt werden. Sie sind gewöhnlich tief und können in das Substrat eindringen. Ihre Erscheinungsform ist abhängig von der Stärke des Ausstoßes. Vertiefungen mit flachem Boden sind flache Beschädigungen in den Schichtzwischenräumen, welche beim Erhitzen von nanometergroßen Defekten durch

stehende elektrische Wellen in den Plasmazustand entstehen. Die Beschichtung gibt an einem Schichtzwischenraum nahe der Oberfläche nach und formt einen Defekt mit einem flachen Boden. Es hat sich gezeigt, dass Beschichtungen mit wenigen Schichtzwischenräumen bei niedrigen Laserleistungsdichten gewöhnlich Vertiefungen mit flachem Boden zeigen [12]. Damit spielt die Kombination der Ausgangsmaterialien bereits eine wichtige Rolle bei der erreichbaren Zerstörschwelle.

Eine andere Beschädigungsform sind die Schichtablösungen. Dies sind komplette Ablationen der äußeren Schicht der Beschichtung von der Oberfläche. Die Stärke dieser Beschädigungsform nimmt mit abnehmender Dicke der Deckschicht zu. Es ist heute Standard,  $\text{SiO}_2$ -Deckschichten mit  $\lambda/2$ -Schichtdicken in das Schichtdesign einzubauen. Dadurch kann die laserinduzierte Zerstörschwelle bei hochreflektierenden Schichten ohne Herabsetzen der spektralen Eigenschaften erhöht werden [12]. Anstelle von  $\text{SiO}_2$ -Einzelschichten als Deckschicht können auch andere dielektrische Materialien, die einen niedrigen Brechungsindex haben und gegenüber der verwendeten Laserstrahlung resistent sind, auf die HR-Beschichtung aufgebracht werden [13].

Außerdem können Oberflächenverbrühungen auftreten. Sie entstehen wenn ein Plasma während des Beschädigungsprozesses mit der Beschichtungs Oberfläche reagiert. Die Plasmen können an Defektstellen, Kontaminationen oder durch Luftdurchschläge entstehen. Mit bloßem Auge erscheinen die Plasmaverbrühungen als gefleckte Oberflächenverfärbungen. Unter dem SEM betrachtet, sind sie als viele mikrometergroße Vertiefungen erkennbar. Die Stärke mit der die Plasmaverbrühungen auftreten, können durch Laserbehandlung oder  $\text{SiO}_2$ -Deckschichten minimiert werden. In  $\text{SiO}_2$ -Schichten ist die Tiefe der Verbrühungen normalerweise kleiner als 6 nm während sie in hochbrechenden Schichten bis zu 130 nm sein kann [12]. Obwohl Plasmaverbrühungen ziemlich große Durchmesser erreichen können, sind sie in  $\text{SiO}_2$ -Schichten auch bei hohen Leistungsdichten stabil und haben einen geringen Einfluss auf die reflektierten Laserstrahleigenschaften [11].

#### 2.2.4. Defekte

Schichtdefekte, die zu obengenannten Beschädigungen führen, können intrinsisch oder extrinsisch sein. Intrinsische Defekte wie Poren, Risse, unvollständige Stöchiometrie, säulenartige Mikrostrukturen oder mehrere verschiedene kristalline Phasen innerhalb eines Materials, können sich während des Schichtwachstums ausbilden. Die extrinsischen Defekte dagegen entstehen aufgrund des Einbringens fremdartiger Defektkeime während des Beschichtungsprozesses oder durch Oberflächenkontaminationen durch

unvollständige Substratreinigung. Das Einbringen fremdartiger Defektkeime ist eines der größten Probleme bei der Dünnschichtabscheidung mittels IBSD [14], da hier eine Kontamination der aufwachsenden Schicht durch das gesputterte Material von anderen Oberflächen als dem Target auftreten kann. Die Hauptkontaminationsquellen sind dabei die Metallteile des Targethalters, das Extraktions- und das Beschleunigungsgitter sowie das Neutralisationsfilament für den Ionenstrahl.

Zum Beispiel ist ein knotenförmiger Defekt ein extrinsischer Defekt, der aus einem in die Multischicht eingelagerten Keim entsteht. Die Größe der knotenförmigen Ausstoßvertiefung wächst mit dem Durchmesser und der Tiefe des Keimes. Die laserinduzierte Zerstörschwelle dieser Beschädigungsform sinkt mit zunehmendem Keimdurchmesser, Defektdurchmesser und zunehmender Laserwellenlänge [12]. Deshalb sollten vor allem die großen ( $> 0,7 \mu\text{m}$  Durchmesser) Defekte vermieden werden. Beschichtungen für Antireflexions- oder UV-Spiegel sind zu dünn, um die Entstehung knotenförmiger Defekte dieser Größe unterstützen zu können. Deshalb wird sich bei der Untersuchung dieser Schichten auf nanometergroße Absorptionsdefektkeime konzentriert.

Es wurden bereits verschiedene Methoden zur Eliminierung der Defektquellen untersucht. Durch eine lange Flugstrecke zwischen der Abscheidungsquelle und dem Substrat können große Partikel durch Gravitation herausgefiltert werden. Schaltungen zur Unterdrückung von Bogenentladungen wurden beim DC Magnetron Sputtern erfolgreich eingesetzt. Elektrostatische Filter und rotierende Filter wurden getestet, waren aber wenig erfolgreich. Schnellrotierende Systeme sind problematisch, da sie ebenfalls eine Quelle von Partikeln darstellen. Ausgangsmaterialien mit höherer thermischer Leitfähigkeit, wie metallisches Hafnium, bilden Schichten mit drei- bis zehnmal geringerer Defektdichte als Materialien geringerer thermischer Leitfähigkeit, wie z.B. das Metalloxid Hafniumoxid. Die laserinduzierte Zerstörschwelle von Beschichtungen kann durch Behandlung mit einem Laser erhöht werden. Knotenförmige Ausstöße bei geringeren Leistungsdichten zeigten eine Steigerung der Zerstörfestigkeit der Schicht. Die Laserbehandlung reduziert ebenfalls die Absorption von Defekten. Die knotenförmigen Ausstoßvertiefungen, die während der Laserbehandlung entstehen, haben eine bis zu 156 mal und die nicht ausgestoßenen Defekte eine bis zu 15 mal geringere Absorption [12].

### 3. Zerstörschwellenbestimmung und Auswertung

Die Zerstörschwellen der Einzelschichtoptiken und der Vielschichtenspiegel werden mit einem gütegeschalteten Nd:YAG-Laser gemessen, der bei 10 Hz Puls wiederholrate eine mittlere Leistung bis 10 W liefert [15]. Die zu testende Optik wird mit dem fokussierten Laserstrahl der Wellenlänge 1064 nm nach der 1-auf-1-Methode bestrahlt und anschließend unter einem Keyence-VHX-100K Mikroskop [16] auf Beschädigung untersucht.

#### 3.1. Das zeitliche Pulsprofil

Mit dem elektrooptischen Güteschalter [1] lassen sich Pulse mit einer Dauer von 8 ns FWHM (full width at half maximum) erzeugen. Allerdings besitzt ein einzelner Puls eine zeitliche Intensitätsverteilung, wie sie beispielhaft in nachfolgender Abbildung dargestellt ist.

#### 3.2. Das räumliche Strahlprofil

Um Zerstörschwellen angeben zu können, muss das räumliche Strahlprofil des Lasers, insbesondere der Strahldurchmesser, bekannt sein.

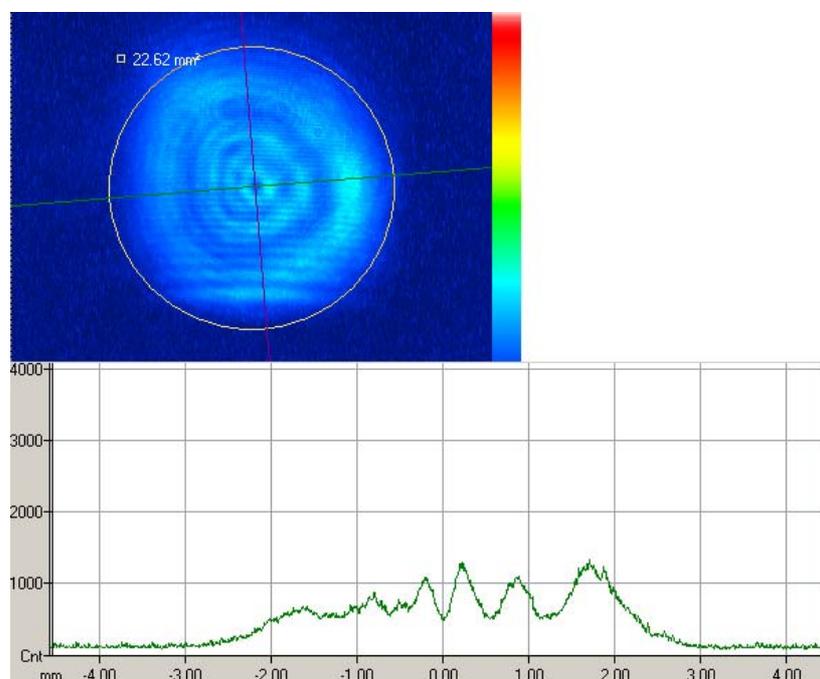


Abbildung 3-1: laterales Strahlprofil des Nd:YAG-Lasers, gemessen mit dem Strahlanalysesystem BeamLux II ML 1200 der Firma Metrolux

Die Strahlanalyse wird mit dem Messsystem BeamLux II ML 1200 der Firma Metrolux durchgeführt. Bei diesem System erfolgt zunächst eine Abschwächung der Laserleistung, die zur Kamera gelangt, durch das sogenannte Polarlux (ML2300) auf 0,16 %. Vor dem

CCD-Chip befindet sich noch ein Strahlabschwächer, der die transmittierte Leistung nochmals auf 1,6 % herabsetzt. Das Strahlprofil wird soweit hinter einer Linse mit der Brennweite 800 mm gemessen, dass der Strahldurchmesser in die sensible Sensorfläche der CCD-Kamera des Strahlanalysesystems passt. Diese hat einen Durchmesser von 5 mm.

Wie aus Abbildung 3-1 zu entnehmen besteht das Strahlprofil des Lasers aus drei annähernd kreisförmigen Ringen höherer Intensität aufgesetzt auf einem Grundintensitätsniveau. Dieses Profil nennt man kollimierter Mode (engl.: Collimated Mode). Dieser Mode entsteht in einem instabilen optischen Resonator. Dabei wird der Lichtstrahl durch einen der Resonatorspiegel nicht genau auf die optische Achse reflektiert. Dieser Resonatortyp wird verwendet um das aktive Lasermedium (hier: Nd:YAG-Laserstab) durch einen größeren Strahldurchmesser besser auszufüllen und somit höhere Laserenergien zu erhalten.

### **3.3. Messaufbau**

Die Messung der Zerstörschwelle erfolgt durch Bestrahlung der Probe mit dem fokussierten Strahl des Nd:YAG-Lasers. Dazu wird der Aufbau nach Abbildung 3-2 verwendet.

Die aus dem Laser austretende Strahlung wird über zwei Umlenkspiegel auf einen Strahlteiler gerichtet. Dabei koppelt man einen Teil der Laserstrahlung aus und registriert sie mit einem thermischen Leistungsmesskopf der Firma Ophir (30A-P-SH) [17]. Der andere Teil wird über eine Linse mit der Brennweite  $f = 800$  mm auf die Probe, die sich in einem Abstand von 854 mm hinter der Linse befindet, fokussiert. Dabei befindet sich die Probe auf einem höhenverstellbaren und in horizontaler Richtung verfahrbaren Verschiebetisch. Damit kann die Laserstrahlung auf verschiedene Punkte der Probe fokussiert werden. Des Weiteren ist die Probe um ca.  $3^\circ$  gegenüber der Einfallrichtung des Laserstrahls geneigt, um eine Reflexion des Laserstrahles zurück in den Laser zu vermeiden. Hinter der Probe befindet sich ein Beam-Dump zur Absorption der von der Probe transmittierten Strahlung. Ein zweiter Beam-Dump befindet sich in Reflexionsrichtung der Probe.

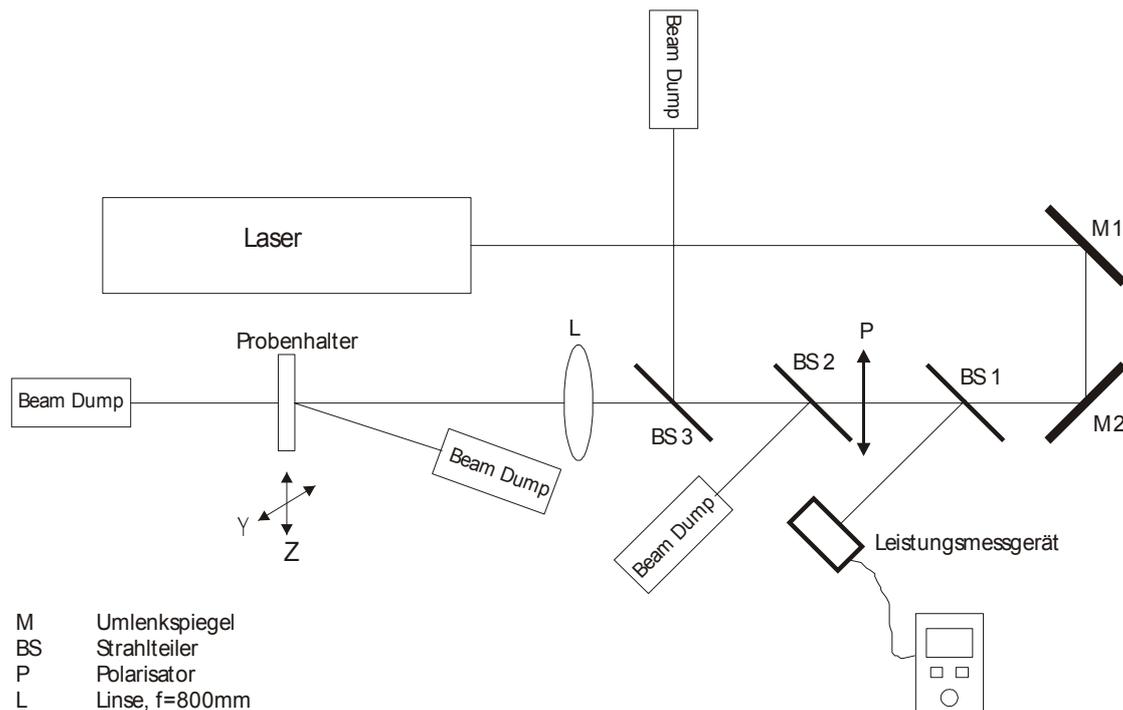


Abbildung 3-2: schematische Darstellung des Versuchsaufbaus zur Zerstörschwellenbestimmung

### 3.4. Messungenauigkeit

Um Zerstörschwellen in der Größenordnung von  $10 - 50 \text{ J/cm}^2$  mit dem hier verwendeten Laser bestimmen zu können, muss der Strahl fokussiert werden. Andererseits darf der Strahldurchmesser aber nicht zu klein werden, um noch eine ausreichend große Bestrahlungsfläche zu erhalten. Dazu nutzt man eine Linse mit  $800 \text{ mm}$  Brennweite. Durch den relativ großen Strahldurchmesser und dem sich daraus ergebenden geringen Fernfelddivergenzwinkel ist die Messungenauigkeit bei der Positionierung der Probe im Fokus nicht so groß wie bei stärkerer Fokussierung. Um die Spotfläche mit einer Messungenauigkeit von  $1\%$  konstant zu halten, ist eine Abweichung der Position von lediglich  $340 \mu\text{m}$  vom Fokus zulässig. (Anhang A1). Da mit dem vorhandenen Messaufbau nur eine Genauigkeit von  $\pm 500 \mu\text{m}$  realisierbar ist, entsteht durch die variierende Fokusgröße aufgrund der Probenpositionierung eine Unsicherheit von  $14,7\%$ . Die vom Strahlteiler ausgekoppelte Laserleistung wird mit einem Leistungsmesskopf der Genauigkeit  $3\%$  und einer Laserleistungsschwankung von  $\pm 0,1 \text{ W}$  bestimmt. Die auf die Probe treffende Leistung wird mit einem Leistungsmesskopf PS10Q der Firma Moletron gemessen. Dieser weist eine Messunsicherheit von  $\pm 3\%$  auf. Die Laserleistungsschwankung wirkt sich ebenfalls auf die Leistungsmessung aus und zwar mit einer Messunsicherheit von  $\pm 5 \text{ mW}$ . Mit Hilfe dieser beiden Leistungsmessgeräte wurde eine Kalibrierkurve aufgenommen und für die fortlaufenden Experimente nur noch die

ausgekoppelten Leistungen gemessen. Solch eine Kalibrierkurve mit interpolierter Kalibrierfunktion ist in Abbildung 3-3 dargestellt. Diese Messung wurde im Verlauf des Experimentierzeitraumes zur Kontrolle des Funktionszusammenhanges mehrmals wiederholt.

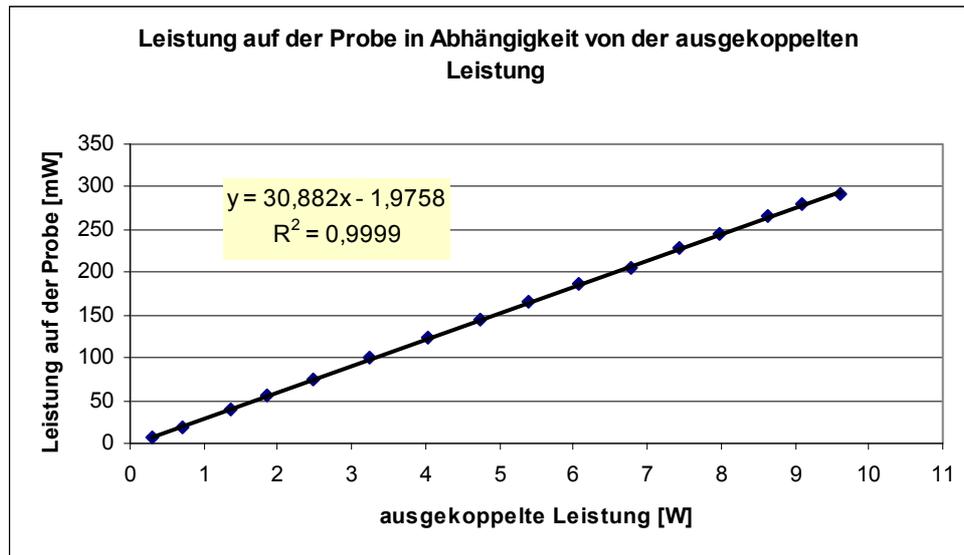


Abbildung 3-3: Darstellung einer Kalibrierkurve für die Leistungsmessung (Laserleistung auf der Probe in Abhängigkeit der vom Strahlteiler ausgekoppelten Leistung)

Die Schrittweite der Energiedichteniveaus bei der Zerstörschwellenbestimmung beträgt 1,2 J/cm<sup>2</sup>. Durch die schrittweise Erhöhung der Leistung wird sich der Zerstörschwelle „von unten“ genähert wodurch der Wert für die Zerstörschwelle nur zu groß angegeben werden kann.

### 3.5. Auswerteverfahren der aufgenommenen Messdaten

In der vorliegenden Diplomarbeit erfolgt die Auswertung der erhaltenen Messwerte nach der EN ISO 112254-1 [10]. Da bei den Bestrahlungsexperimenten nur die ausgekoppelten Leistungen bei 10 Hz Puls wiederholrate gemessen werden, erfolgt zuerst eine Umrechnung dieser Werte in die entsprechenden Leistungen für die auf die Probe treffenden Leistungen. Dazu nutzt man die Kalibrierfunktion für die Leistungsmessung, wie in Abbildung 3-3 auf vorhergehender Seite dargestellt. Die so erhaltenen Leistungen werden über die Gleichung

$$F = \frac{P}{f_P \cdot \frac{\pi}{4} \cdot w^2} \quad (3-1)$$

in die entsprechende Energiedichte  $F$  umgerechnet. Dabei sind  $P$  die Strahlleistung,  $f_p$  die Pulswiederholrate und  $w$  der Fokusbereich auf der Probenoberfläche. Es werden nacheinander sukzessive erhöhte Energiedichten, ca. 12 Werte pro Probe, eingestellt. Bei jedem Energiedichteniveau werden mindestens 10 Punkte im Abstand von je 1 mm bestrahlt. Nach der Durchführung des Bestrahlungsexperimentes wird die Probe unter dem Digitalmikroskop bei 100 – facher Vergrößerung auf Beschädigungen untersucht. Dabei wird die Anzahl der beschädigten Stellen pro Energiedichteniveau notiert. Anschließend kann daraus die Zerstörwahrscheinlichkeit ermittelt werden. Diese wird in einem Diagramm, beispielhaft in Abbildung 3-4 dargestellt, über der Leistungsdichte aufgetragen.

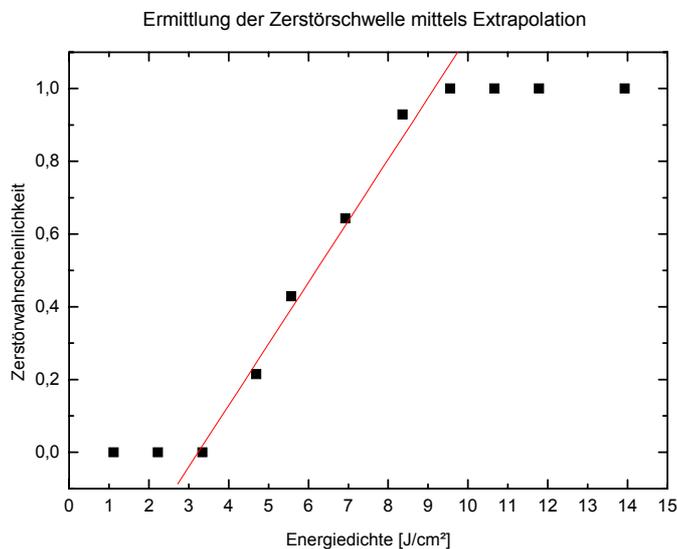


Abbildung 3-4: Ermitteltes Zerstörwahrscheinlichkeitsdiagramm mit linearer Extrapolation gegen die Zerstörwahrscheinlichkeit Null, Beispiel:  $Ti(O)_x/Si(O)_x$ -Multischicht

Aus der Funktion der linearen Extrapolation kann schließlich der Schnittpunkt mit der x-Achse und somit die laserinduzierte Zerstörschwelle bestimmt werden. Die lineare Extrapolation wird hier aus dem letzten Zerstörwahrscheinlichkeitswert 0 %, dem ersten Zerstörwahrscheinlichkeitswert 100 % und den dazwischen liegenden Zerstörwahrscheinlichkeiten gebildet.

In der EN ISO 11254-1 ist nicht genau festgelegt, welche Daten der Messreihe in die Extrapolation einzubeziehen sind. Zum Beispiel können nur Werte der Zerstörwahrscheinlichkeiten von  $> 0 \%$  bis  $< 100 \%$  verwendet werden oder die Extrapolation wird aus allen Werten der Messreihe gebildet. Die dabei erhaltenen

Schnittpunkte der Geraden mit der Abszisse, also die Zerstörschwellen, können sich deutlich unterscheiden [18].

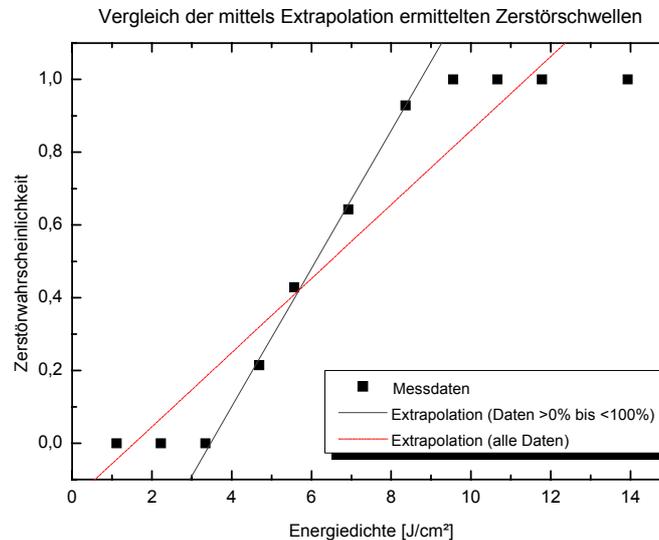


Abbildung 3-5: Vergleich der ermittelten Zerstörschwellenwerte aus der linearen Regression von allen Messpunkten und der linearen Regression der Messpunkte mit einer Zerstörwahrscheinlichkeit > 0 % und < 100 %

In wie weit dieser in der Norm angenommene rampenartige Verlauf der Zerstörwahrscheinlichkeit mit der tatsächlichen Zerstörung übereinstimmt, ist von dem jeweils bestimmenden Schädigungsmechanismus abhängig. Denn verschiedene Beschädigungsmechanismen zeigen unterschiedliche Zerstörwahrscheinlichkeitsverläufe und Zerstörschwellen [19, 20, 26]. Treten konkurrierende Zerstörmechanismen mit unterschiedlichen „Zerstörschwellen“ in einer Probe auf, ist es schwierig eine Zerstörschwelle zu bestimmen.

In der Literatur wird die Auswertemethode in der EN ISO 11254-1 kritisch bewertet [21], denn der Verlauf der Ausgleichsgeraden wird auch von Messpunkten bestimmt, deren Energiedichte viel größer ist als die Zerstörschwelle. Je größer die Energiedichte, bei der eine 100 %ige Zerstörung gewertet wird, desto flacher wird die Ausgleichsgerade und somit die Zerstörschwelle. Es können sich dabei sogar negative Zerstörschwellen ergeben. Dieser Einfluss tritt bei Verwendung einer geringen Gesamtbestrahlungsfläche besonders hervor [18]. U. Willamowski et al. [21] schlagen folgende drei Veränderungen bei der Zerstörschwellenbestimmung vor:

1. Definition der Zerstörschwelle als „höchste Energiedichte  $H_{LDu\%}$ , bei der die Zerstörwahrscheinlichkeit geringer als  $u\%$  ist“, statt als „maximale Strahlungsmenge, bei welcher die (extrapolierte) Zerstörwahrscheinlichkeit Null ist“.
2. Um die Genauigkeit zu verbessern soll die Anzahl der Bestrahlungen mit Energiedichten im Bereich der Zerstörschwelle erhöht werden. Dadurch werden entgegen der Norm die Bestrahlungen ungleichgewichtig über den untersuchten Energiedichtebereich verteilt. Die Zerstörschwelle kann durch diese Änderung durch eine genauere Interpolation der Messdaten erfolgen.
3. Verzicht auf die Klasseneinteilung der erhaltenen Messdaten um die Energiedichtenauflösung nicht einzuschränken.

Ein mathematisches Modell zur Beschreibung des Zerstörwahrscheinlichkeitsverlaufes ist zum Beispiel die S-Funktion 2. Grades, die die drei typischen Bereiche des Zerstörverhaltens beinhaltet: „Den Bereich geringer Strahlungsmengen mit vernachlässigbarer Zerstörwahrscheinlichkeit, den Bereich hoher Strahlungsmengen mit fast sicherer Zerstörung bei Beaufschlagung, und den Übergangsbereich“ [18].

S-Funktion: 
$$p_s(F) = \left( 1 + \exp\left(\frac{F_{50\%} - F}{\Delta F}\right) \right)^{-2} \quad (3-2)$$

Diese Funktion soll mittels Origin 7.5 G an die bereits in Abbildung 3-4 dargestellte Zerstörwahrscheinlichkeitskurve angefitet werden (Abbildung 3-6). Dabei ergibt sich eine gute Übereinstimmung der gemessenen Daten mit der angenommenen S-Funktion.

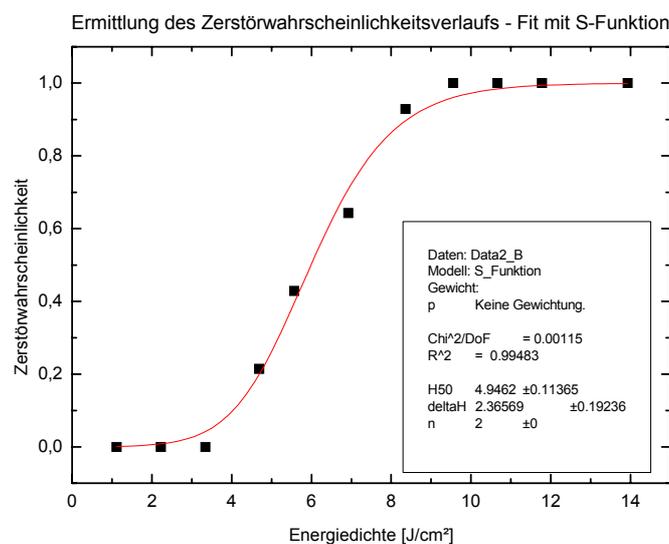


Abbildung 3-6: S-Funktion 2. Grades zur Darstellung des Zerstörwahrscheinlichkeitsverlaufs am Beispiel der Messdaten einer  $Ti(O)_x/Si(O)_x$ -Multischicht

Aus den ermittelten Fitparametern ( $F_{50\%}$ ,  $\Delta F$ ) kann die Energiedichte, die der Zerstörwahrscheinlichkeit  $u$  % entspricht nach folgender Gleichung berechnet werden:

$$F_{LDx\%} = F_{50\%} - \frac{\Delta F}{\ln(\sqrt{100/u} - 1)} \quad (3-3)$$

Für eine sehr geringe Wahrscheinlichkeit, sagen wir  $u = 0,01$  %, ergibt sich eine Zerstörschwelle von  $4,4 \text{ J/cm}^2$ . Bei der in dieser Arbeit verwendeten Auswertemethode ergibt sich dagegen ein Zerstörschwellenwert von  $3,2 \text{ J/cm}^2$ . Die erste gemessene Zerstörung tritt bei  $4,7 \text{ J/cm}^2$  mit einer Zerstörwahrscheinlichkeit von  $20$  % auf. Es ist ein deutlicher Unterschied zwischen beiden Methoden feststellbar. Die mittels S-Funktion ermittelte Zerstörschwelle liegt scheinbar etwas näher am realen Wert. Um Herauszufinden, ob das wirklich der Fall ist, müsste der „Schwellenbereich“ genauer untersucht werden. Die lineare Extrapolation liefert einen geringeren Wert für die Zerstörschwelle als die Fit-Funktion, sodass man sich auf der sicheren Seite in Bezug auf die Zerstörfestigkeit der Optik befindet. Aus diesem Grund sollen die Zerstörschwellen in dieser Arbeit mit der eingangs beschriebenen Methode ermittelt werden.

### ***3.6. Messergebnisse an Einzelschichten***

Die Schichten, mit angestrebten Dicken von  $100 \text{ nm}$ , werden auf  $1$ -Zoll-Glassubstraten mittels Ionenstrahlputtern aufgebracht. Zum Einsatz kommt dafür die Ionenstrahlputteranlage IonSys 1600, welche vom Fraunhofer IWS gemeinsam mit der Roth & Rau AG entwickelt wurde.

Die zu verwendenden Glassubstrate sind beidseitig polierte SQ1-Fused Silica-Substrate der Firma SICO Technology GmbH. Die Rauheit  $\sigma$  und Reinheit dieser Substrate können mit dem AFM untersucht werden. Hier soll zunächst auf die Oberflächenrauheit eingegangen werden. Die Rauheit der optischen Schicht ist eine Oberflächenbeschaffenheit, die wie viele andere Parameter auch, Einfluss auf die Zerstörschwelle einer optischen Schicht hat [22]. Die bei der Beschichtung entstehende Rauheit ist nicht nur von dem Schichtwachstum selbst, sondern auch von der Substratrauheit abhängig [23]. Diese beträgt bei den hier zu verwendenden Substraten  $1,96 \text{ nm}$ . Eine AFM-Aufnahme des Substrates ist in nachfolgender Abbildung dargestellt.

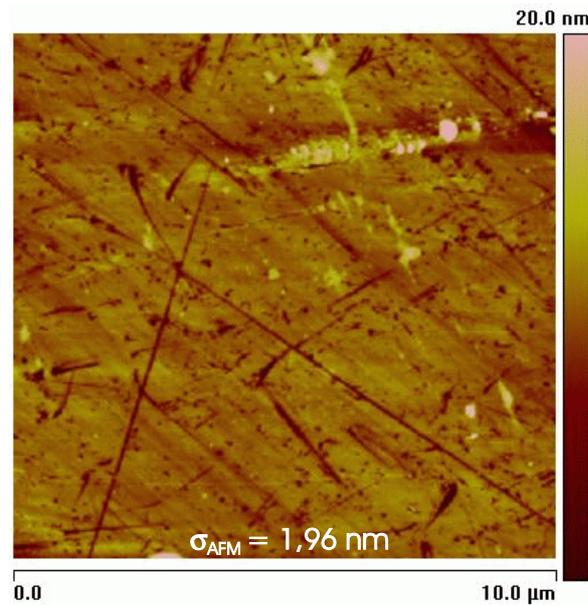


Abbildung 3-7: AFM-Aufnahme eines blanken SQ1-Substrates mit Ermittlung der Rauheit  $\sigma$ , aufgenommen mit dem AFM „Veeco Dimension V“, Bearbeiter: P. Gawlitza

Die erste aufzunehmende Messreihe ist die Untersuchung auf die statistische Messunsicherheit der Zerstörschwellenmessung. Dazu werden in einem Beschichtungsprozess 5 Glassubstrate, die sich in einem rotierenden Substrathalter befinden, gleichzeitig mit  $\text{SiO}_2$  beschichtet. Allerdings kann auch hier nicht sichergestellt werden, dass alle Proben 100-prozentig gleich sind. Denn die Substrate selbst können bereits unterschiedliche Verschmutzungen bzw. Defekte aufweisen. Ebenso können ungleichmäßige Kontaminationen während der Beschichtung, z.B. durch Überschläge, auftreten. Dies führt, wie bereits von R. M. Wood et al. [24] festgestellt, dazu, dass die laserinduzierten Zerstörschwellen von Probe zu Probe in einem weiten Bereich variieren können. Die ermittelten Zerstörschwellen dieser Schichten sind im folgenden Diagramm abgebildet.

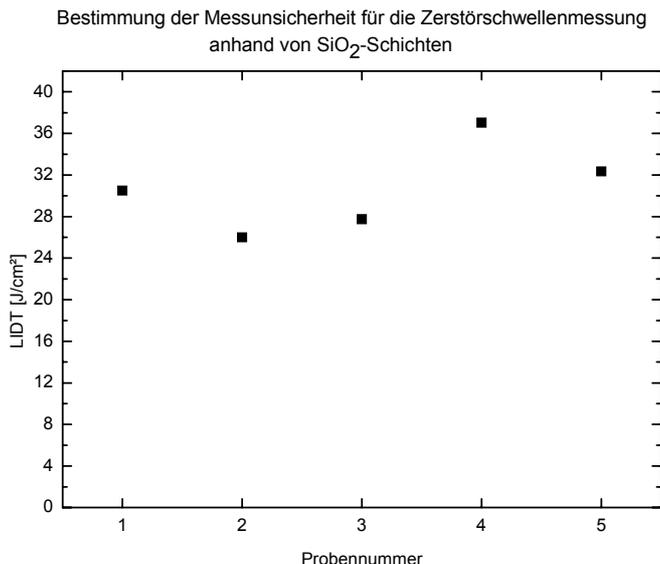


Abbildung 3-8: Darstellung der ermittelten laserinduzierten Zerstörschwellen für 5 SiO<sub>2</sub>-Schichten eines Beschichtungsprozesses

Aus diesen Messwerten kann nach der Gleichung

$$u_x = t(p, N) \cdot \frac{S}{\sqrt{N}} \quad (3-4)$$

die statistische Messunsicherheit berechnet werden [25]. Mit  $N = 5$  und  $t = 2,78$  ergibt sich für die in dieser Arbeit genutzte Zerstörschwellenmessung eine zufällige Unsicherheit (mit einem Vertrauensbereich von 95 %) von 18 % bei einem Mittelwert von 30,7 J/cm<sup>2</sup>.

Anschließend werden Zerstörschwellen an Einzelschichten aus Si(O)<sub>x</sub>, Al(O)<sub>x</sub> und Ti(O)<sub>x</sub> bestimmt. Anhand dieser Einzelschichten werden verschiedene Herstellungsparameter der Beschichtung untersucht. Dazu zählen die Vorbehandlung des Substrates vor der Beschichtung, der O<sub>2</sub>-Fluss im Plasmagas, die Beschichtungsrate und die Nachbehandlung mittels Temperung dieser Schichten. Abschließend erfolgt noch die Bestimmung der laserinduzierten Zerstörschwellen von Multischichten mit verschiedenen Schichtdesigns.

### 3.6.1. Abhängigkeit LIDT von der Vorbehandlung des Substrates

Nachdem der statistische Fehler des Messsystems bekannt ist, kann nun die Abhängigkeit der Zerstörschwelle von der Vorbehandlung des Substrates vor der Beschichtung untersucht werden. Dieses Kapitel ist sehr wichtig, da Verschmutzungen einen großen Einfluss auf die laserinduzierte Zerstörschwelle haben [2, 26].

Diese Untersuchung wird zuerst für  $\text{Al(O)}_x$  durchgeführt. Wieder werden in einem Beschichtungsprozess fünf Proben gleichzeitig hergestellt. Somit können die anderen Parameter konstant gehalten werden. Die Anordnung der Glas-Substrate in dem Halter ist Abbildung 3-9 zu entnehmen.

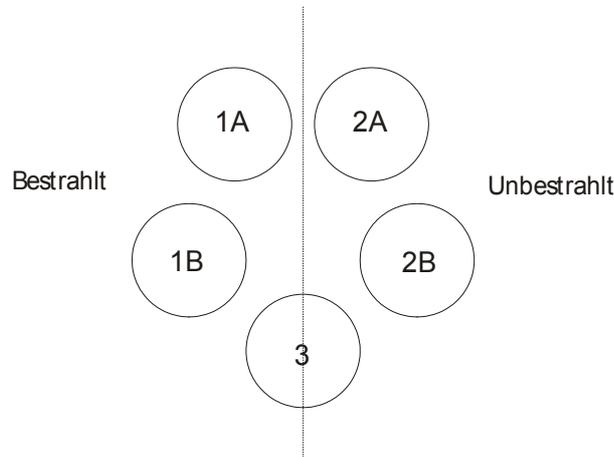


Abbildung 3-9: Darstellung der Glas-Substrat-Anordnung im Probenhalter in der Beschichtungsanlage, auf der rechten Hälfte befindet sich bei der Ionenstrahlreinigung eine Blende vor dem Halter

Die Substrate mit A werden mit Aceton abgewischt. Vor den Proben auf der rechten Hälfte des Substrathalters befindet sich während der Reinigung mit dem Ionenstrahl (30 Sekunden) eine Blende. Somit bleiben diese Substrate unbestrahlt. Die bei der Zerstörschwellen-Messung erhaltenen Werte sind in nachfolgendem Diagramm dargestellt.

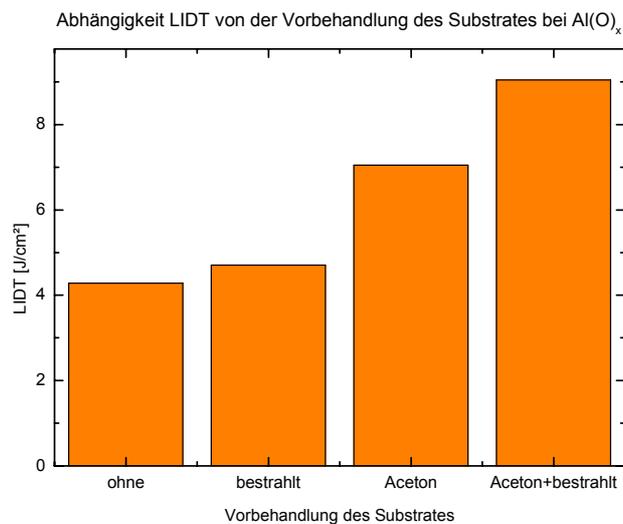


Abbildung 3-10: Darstellung der experimentell ermittelten LIDT in Abhängigkeit von der Vorbehandlung des Glas-Substrates

Je intensiver die Vorbehandlung betrieben wird, desto höher ist die Zerstörschwelle. Bei der Vorbehandlung des Substrates werden Partikel entfernt, die die Zerstörschwelle erheblich herabsetzen. Aus dem Diagramm ist eine 110%ige Steigerung der Zerstörschwelle bei der Probe mit Aceton- und Ionenstrahlreinigung gegenüber der komplett unbehandelten Probe ersichtlich. Für  $\text{Al(O)}_x$  werden dabei laserinduzierte Zerstörschwellen von  $9 \text{ J/cm}^2$  erreicht.

Diese Messreihe wird auch für  $\text{Si(O)}_x$  durchgeführt. Dabei ist eine ähnliche Abhängigkeit von der Substratbehandlung festzustellen. Die Zerstörschwellen liegen hier bei 20 bis  $30 \text{ J/cm}^2$ . Dies entspricht einer etwa 50 % höheren Zerstörschwelle für die Probe mit Aceton- und Ionenstrahlreinigung gegenüber der unbehandelten Probe. Damit ist auch unter Einbeziehung der Messunsicherheit eine Anhebung der laserinduzierten Zerstörschwelle nachweisbar.

Den Messwerten ist eine um den Faktor drei höhere Zerstörschwelle für  $\text{Si(O)}_x$  entnehmbar. Der Grund dafür könnte der sehr niedrige Extinktionskoeffizient  $k$  von  $\text{Si(O)}_x$  sein. Dieser ist im Bereich von 350 – 1700 nm mittels Ellipsometrie nicht nachweisbar (Anhang A2).

### 3.6.2. Abhängigkeit LIDT vom O<sub>2</sub>-Fluss im Plasmagas

Wie bereits von M. Varasi et al. [14] für Ti(O)<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> und weitere Oxide nachgewiesen, variieren die laserinduzierten Zerstörschwellen für diese Schichten mit dem Prozentgehalt an Sauerstoff im Plasmagas. Dies soll hier mittels einer Messreihe bestätigt und der optimale Sauerstofffluss zum Erreichen hoher LIDT-Werte für die vorliegende Anlage ermittelt werden. Dazu werden Messreihen für Ti(O)<sub>x</sub> und Al(O)<sub>x</sub> durchgeführt. Die dabei erhaltenen Zerstörschwellen sind in Abbildung 3-11 grafisch dargestellt.

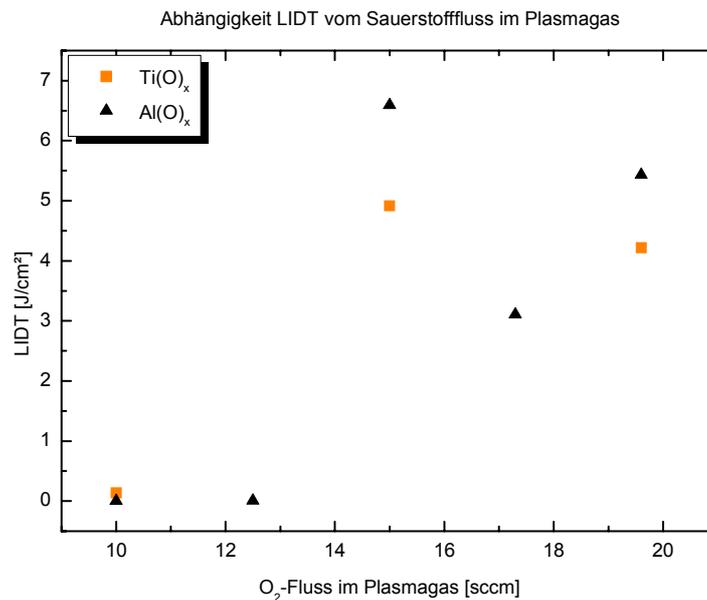


Abbildung 3-11: Diagramm der erhaltenen Zerstörschwellen in Abhängigkeit vom O<sub>2</sub>-Fluss im Plasmagas während der Beschichtung von Ti(O)<sub>x</sub> und Al(O)<sub>x</sub>

Für Ti(O)<sub>x</sub> wird bei 10 sccm O<sub>2</sub>-Fluss im Plasmagas eine sehr geringe Zerstörschwelle ermittelt. Es wird vermutet, dass bei diesem Sauerstoffangebot noch keine vollständige Oxidation des Targetmaterials in TiO<sub>2</sub> während des Beschichtungsprozesses stattfindet. Die maximale Zerstörschwelle für Ti(O)<sub>x</sub> liegt hier bei 15 sccm O<sub>2</sub>. Bei diesem Sauerstofffluss ist eine vollständige Oxidation von Titan in TiO<sub>2</sub> gegeben. Dass hier höhere Zerstörschwellen als bei einem noch größeren Angebot an Sauerstoff auftreten, könnte mit dem Abfall der Beschichtungsrate ab einem bestimmten Sauerstoffdruck und einer damit verbundenen längeren Beschichtungszeit zusammenhängen. Durch die längere Beschichtungszeit steigt die Wahrscheinlichkeit für das Einbringen fremder Teilchen.

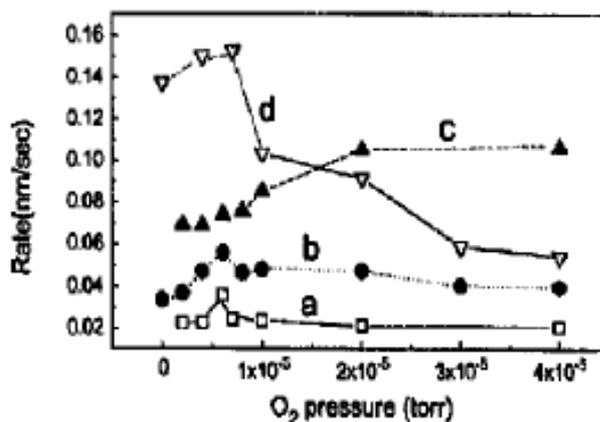


Abbildung 3-12: Beschichtungsrate in Abhängigkeit vom Sauerstoffdruck von (a) Titanoxid, (b) Zirconiumoxid, (c) Siliziumoxid, (d) Aluminiumoxid aus [27]

Die Abhängigkeit der Beschichtungsrate vom Sauerstoffdruck ist beschrieben in [27] und in Abbildung 3-12 ist ein Diagramm aus dieser Arbeit abgebildet. C.-C. Lee et al. vermuten, dass der anfängliche Anstieg durch lose gebundene, leichter zu spaltende Suboxide an der Targetoberfläche verursacht wird. Und das abnehmende Verhältnis von Suboxid zu dem stärker an das Target gebundene Oxid bei zunehmendem Sauerstoffdruck den anschließenden Abfall bestimmt. Die Beschichtungsrate für die Versuchsreihe von  $Ti(O)_x$  sind in Tabelle 3 angegeben. Hier sind die O<sub>2</sub>-Flüsse wahrscheinlich schon so hoch gewählt, dass der Anstieg der Beschichtungsrate am Anfang nicht zu sehen ist.

Tabelle 3: Darstellung der Beschichtungsrate in Abhängigkeit vom Sauerstofffluss für  $Ti(O)_x$

O <sub>2</sub> -Fluss	Beschichtungsrate [ $\text{\AA}/s$ ]	LIDT [ $J/cm^2$ ]
10	0,806	0,1
15	0,616	4,9
19,6	0,521	4,2

Für  $Al(O)_x$  ist aus Abbildung 3-11 sowohl bei 10 sccm als auch bei 12,5 sccm eine sehr niedrige Zerstörschwelle zu entnehmen. Auch hier kann man vermuten, dass noch keine vollständige Oxidation des Targetmaterials Aluminium erfolgt ist. Dafür spricht auch, dass die auf das Glas-Substrat aufgetragenen Schichten metallisch und im sichtbaren Spektrum kaum transparent sind. Für Aluminiumoxid liegt die maximale Zerstörschwelle bei einem Sauerstofffluss von 15 sccm und erreicht einen Wert von 6,6  $J/cm^2$ . Bei 17,3 sccm nimmt die Zerstörschwelle wieder ab und erreicht bei 19,6 sccm erneut eine recht hohe Zerstörfestigkeit von 5,4  $J/cm^2$ .

Die in dieser Versuchsreihe erhaltenen LIDT-Werte zeigen eine Variation in Abhängigkeit vom Sauerstofffluss im Plasmagas. Wobei sich für die beiden hier untersuchten Oxide unterschiedliche Abhängigkeiten ergeben. Deshalb muss für jedes Material dieser Zusammenhang extra untersucht werden. Lediglich bei sehr geringen  $O_2$ -Flüssen, also bei noch nicht vollständiger Oxidation des gesputterten Targetmaterials, zeigen alle Materialien eine geringe Zerstörfestigkeit. Die hier erhaltenen Abhängigkeiten für  $Ti(O)_x$  und  $Al(O)_x$  stimmen mit den Ergebnissen von M. Varasi et al. [14] sehr gut überein. Auch die Werte für  $Al(O)_x$  liegen in der gleichen Größenordnung. Allerdings sind die Zerstörfestigkeiten für  $Ti(O)_x$  der in dieser Arbeit verwendeten Schichten viel höher.

Zu beachten ist außerdem, dass der Sauerstofffluss nicht nur die Beschichtungsrate sondern auch den Brechungsindex, den Extinktionskoeffizienten sowie die Oberflächenrauigkeit der Oxidschichten beeinflusst [2,27]. All diese Parameter wiederum haben Einfluss auf die laserinduzierte Zerstörschwelle. Deswegen ist es auch schwierig den Verlauf der Zerstörschwellen in Abhängigkeit vom  $O_2$ -Fluss zu interpretieren. Im folgenden Kapitel soll nun die Abhängigkeit der Zerstörfestigkeit der Schichten von der Beschichtungsrate untersucht werden.

### 3.6.3. Abhängigkeit LIDT von der Beschichtungsrate

Die Beschichtungsrate ist die aufgewachsene Schichtdicke pro Zeiteinheit. Wie bereits in dem vorherigen Kapitel erwähnt, hat die Beschichtungsrate Einfluss auf die Zerstörfestigkeit der Schicht. Dies soll hier bewiesen und die Abhängigkeit untersucht werden. Unter der Voraussetzung eines konstanten Gasdruckes, ist die Beschichtungsrate ein Maß für den Metallfluss vom Target zum Substrat. Diese kann aber nicht direkt an der Anlage eingestellt werden. Vielmehr wird sie durch den Ionenstrom, die Ionenenergie, dem Kammerdruck, dem Abstand zwischen Target und Substrat sowie dem Gasfluss des Sputtergases bestimmt. Bei den hier vorliegenden Messungen werden der Abstand Target-Substrat und der Gasfluss des Sputtergases konstant gehalten. Ebenso geht man von einem gleichbleibenden Kammerdruck aus. Für Aluminiumoxid ist die Zerstörschwelle in Abhängigkeit von der Beschichtungsrate in Abbildung 3-13 dargestellt. Bei niedrigen Beschichtungsraten bis  $0,6 \text{ \AA/s}$  werden hohe Zerstörfestigkeiten bis  $10,9 \text{ J/cm}^2$  erreicht. Bei höheren Beschichtungsraten nimmt die Zerstörfestigkeit der Schicht ab und erreicht nur noch Werte von  $7\text{-}8 \text{ J/cm}^2$ . Eine niedrigere Zerstörschwelle bei höheren Beschichtungsraten könnte an dem nicht mehr vollständigen stöchiometrischen Wachstum der Schicht liegen. Da nun der Sauerstoff nicht mehr in genügend großer Anzahl vorhanden ist, um mit der gestiegenen Zahl Targetatome eine Bindung einzugehen.

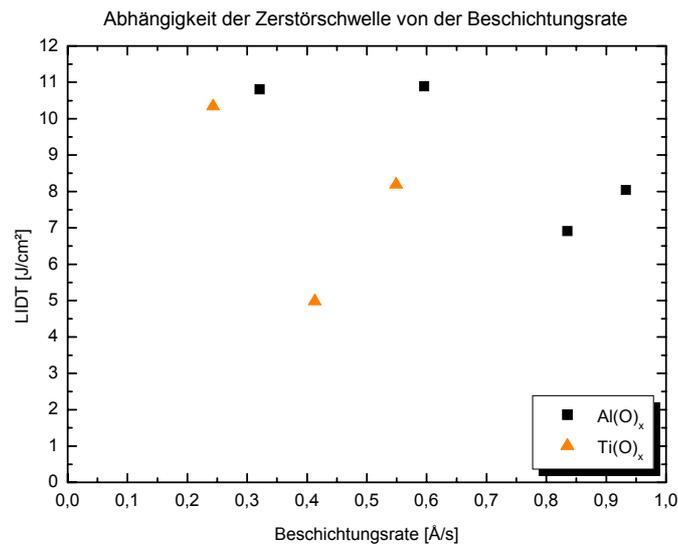


Abbildung 3-13: Darstellung der ermittelten Zerstörschwellen in Abhängigkeit von der Beschichtungsrate für  $\text{Al}(\text{O})_x$  und  $\text{Ti}(\text{O})_x$

Auch für  $\text{Ti}(\text{O})_x$  ist eine Abnahme der Zerstörschwelle bei höherer Beschichtungsrate feststellbar. Die Belastbarkeit der Probe halbiert sich von  $10,3 \text{ J/cm}^2$  bei  $0,24 \text{ Å/s}$  auf  $5,0 \text{ J/cm}^2$  bei  $0,41 \text{ Å/s}$ . Der folgende Anstieg bei der höheren Beschichtungsrate von  $0,55 \text{ Å/s}$  kann in diese Betrachtung nicht direkt einbezogen werden. Denn hier ist zusätzlich der Fluss des Sputtergases Krypton auf  $8 \text{ sccm}$  reduziert. Bei den übrigen Proben in Abbildung 3-13 liegt dieser bei  $14 \text{ sccm}$ . Eine Erklärung für die gestiegene Zerstörfestigkeit könnte sein, dass durch den geringeren Krypton-Anteil die Energie des Plasmas zu einer stärkeren Anregung des Sauerstoffs genutzt werden kann. Folglich werden die  $\text{O}_2$ -Moleküle aktiver und können zu einem stärkeren stöchiometrischen Wachstum der  $\text{TiO}_2$ -Schicht beitragen, was letztlich zu einer erhöhten Zerstörschwelle führt.

### 3.6.4. Abhängigkeit LIDT von der Temperbehandlung

Eine Standardmethode zur Erhöhung der Zerstörfestigkeit von Schichten ist eine nach dem Beschichtungsprozess durchgeführte Temperbehandlung. Denn durch das Einbringen zusätzlicher Energie kann die Mikrostruktur der Schicht verbessert werden. Wodurch die Absorption, die aufgrund nicht-stöchiometrischer Oxidation auftritt, reduziert wird [28, 29]. Wie stark sich die Temperung auf die hier mit IBSD hergestellten Schichten auswirkt, soll im Folgenden untersucht werden.

Die Proben werden dazu für drei Stunden unter Luftatmosphäre auf der jeweiligen Temperatur gehalten. Für Siliziumoxid werden vier in einem Beschichtungsprozess hergestellte Proben verwendet. Eine bleibt ohne Nachbehandlung und jeweils eine wird bei 200°C, 250°C und 300°C getempert. Die erhaltenen Zerstörschwellen sind dem Diagramm in Abbildung 3-14 zu entnehmen.

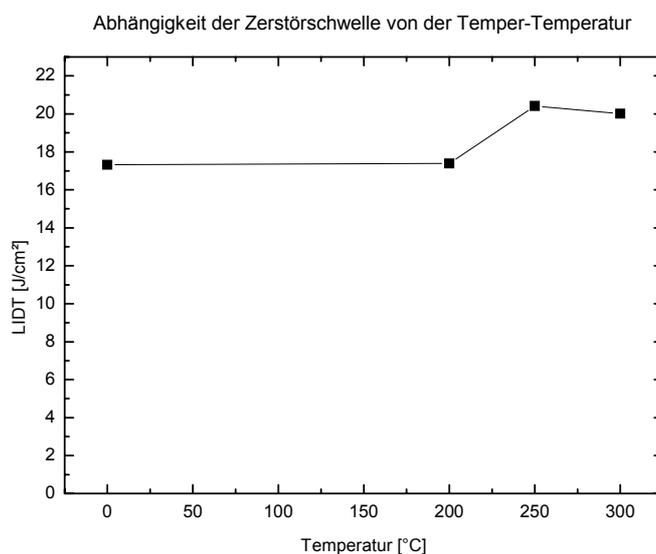


Abbildung 3-14: Abhängigkeit der Zerstörschwelle von der Temperatur für  $\text{Si(O)}_x$

Für  $\text{Si(O)}_x$  ist bei 200°C keine Zunahme der Zerstörschwelle feststellbar. Bei 250°C und 300°C kann eine leichte Tendenz zur Erhöhung der Zerstörfestigkeit nur vermutet werden, da diese Werte innerhalb der ermittelten Messunsicherheit liegen. Damit ist für Siliziumoxid keine Erhöhung der Zerstörfestigkeit durch eine dreistündige Temperung bis 300°C nachweisbar.

Die gleiche Messreihe wurde für verschiedene Titanoxid-Schichten durchgeführt. Diese Schichten unterscheiden sich in dem bei der Beschichtung zugeführten Sauerstofffluss und eine Probenserie wurde zusätzlich noch bei einem anderen Ionenstrom hergestellt. Die Zerstörschwellen sind in Abbildung 3-15 dargestellt.

Die Schichten, die mit 10 sccm  $\text{O}_2$  hergestellt wurden, haben ohne Nachbehandlung eine Zerstörschwelle von nahezu Null, welche auch nach dreistündiger Temperung bei 250°C kaum eine Erhöhung zeigt. Aber bei der Temperung bei 300°C steigt die Zerstörfestigkeit sehr stark auf etwa 5,5 J/cm<sup>2</sup> an. Anscheinend kann die Schicht bei der Temperbehandlung mit dem Luftsauerstoff zu einer stöchiometrischen  $\text{TiO}_2$ -Schicht reagieren und somit den Sauerstoffmangel beim Beschichtungsprozess ausgleichen.

Denn bei 300°C werden ähnliche Werte, wie bei den anderen Proben erreicht. Eine Beobachtung, die bei dieser Probe unter dem Mikroskop gemacht wird, ist wie in Abbildung 3-16 abgebildet, die Bildung von kleinen Kristallen. Laut A.F. Stewart et al. [9] gehört  $\text{TiO}_2$ , wie auch  $\text{ZrO}_2$ ,  $\text{HfO}_2$  und  $\text{Y}_2\text{O}_3$ , zu den kristallisierenden Materialien, bei denen bei Temperaturen über 300°C starke Veränderungen in der Schichtstruktur auftreten. Die Kristalle treten hier aber nur vereinzelt über die Probe verteilt auf, so dass sie bei den Bestrahlungsexperimenten nur mit geringer Wahrscheinlichkeit getroffen werden und somit das Ergebnis für die Zerstörschwelle nur geringfügig beeinflussen dürften.

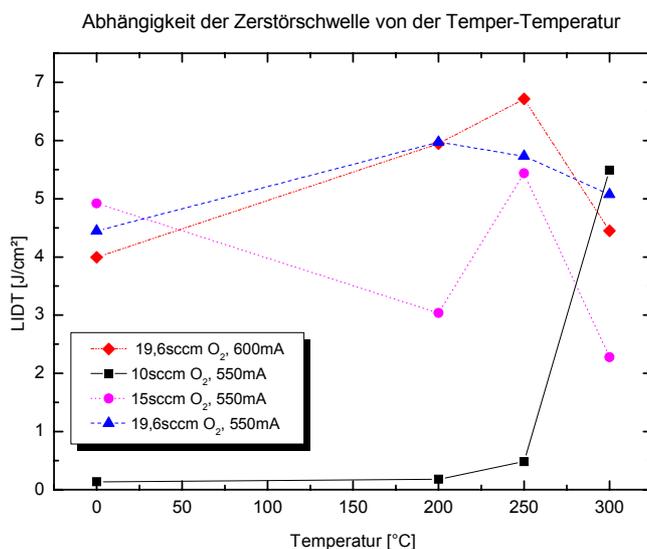


Abbildung 3-15: Abhängigkeit der Zerstörschwelle von der Temperatur für  $\text{Ti}(\text{O})_x$

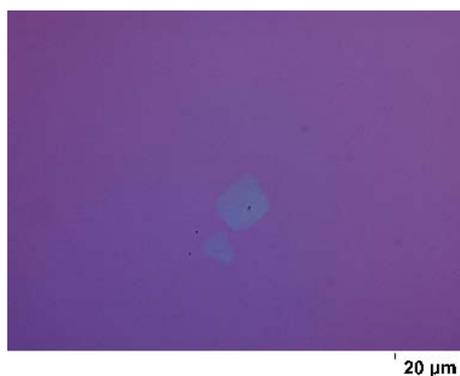


Abbildung 3-16: Kristallisation der Probe (10 sccm O<sub>2</sub>, 550 mA) nach 3 Stunden Temperung bei 300°C, Mikroskopie bei 1000-facher Vergrößerung

Die Proben, deren Schichten mit 15 sccm O<sub>2</sub> hergestellt wurden, haben, wie bereits in Abbildung 3-11 dargestellt, ohne Temperung die höchste Zerstörfestigkeit. Diese Probenreihe zeigt für die Temperung bei 200°C einen starken Einbruch bei der Zerstörschwelle. Dieses Verhalten ist nicht nachzuvollziehen. Es wird davon ausgegangen,

dass es sich um einen Ausreißer handelt. Wahrscheinlich wurden bei der Bestrahlung besonders viele Defekte getroffen, eventuell wegen einem verstärkten Auftreten dieser. Bei einer Temper-Temperatur von 250°C ist für diese Serie eine leichte Anhebung der Zerstörschwelle gegeben. Allerdings nimmt hier im Gegensatz zu der vorherigen Probe die Zerstörschwelle bei 300°C-Temperung um ca. 50 % ab. Auch hier ist eine Kristallisation der Schicht unter dem Mikroskop zu beobachten (Abbildung 3-17). Wobei diese Kristalle größer und gehäufter auftreten. Daraus könnte die niedrige Zerstörschwelle abgeleitet werden. Denn an den Kristallen ändert sich die Absorption des Materials und sie fungieren als intrinsische Defekte.

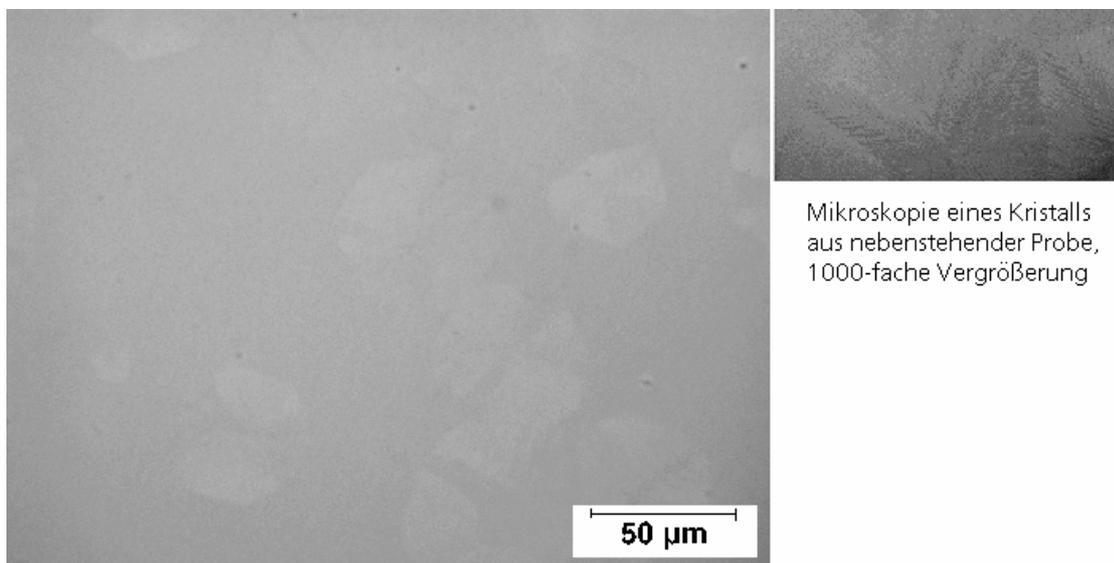


Abbildung 3-17: Kristallisation der Probe (15 sccm O<sub>2</sub>, 550 mA) nach 3 Stunden Temperung bei 300°C, großes Bild: Mikroskopie bei 500-facher Vergrößerung, kleines Bild: Mikroskopie bei 1000-facher Vergrößerung

Die beiden Probenreihen, die mit 19,6 sccm Sauerstofffluss hergestellt wurden, weisen bei der Temperung einen ähnlichen Verlauf in Abhängigkeit der Temperatur auf und es werden innerhalb der Messunsicherheit gleiche Zerstörschwellen erreicht. Bis zu einer Temperatur von 250°C ist ein Anstieg der Zerstörfestigkeit um ca. 55 % (Probe 19,6 sccm, 600mA) zu verzeichnen. Bei einer weiteren Erhöhung der Temper-Temperatur auf 300°C wird wieder eine geringere Zerstörschwelle ermittelt. Diese liegt bei etwa 5 J/cm<sup>2</sup> und damit nur knapp über der ohne Temperbehandlung.

Aus diesen Ergebnissen lässt sich für die Ti(O)<sub>x</sub>-Schichten, die mit 15 sccm und 19,6 sccm O<sub>2</sub>-Fluss im Plasmagas hergestellt werden, auf eine optimale Temper-Temperatur von

250°C bei drei Stunden Temperzeit schließen. Dabei ist eine Zerstörschwellensteigerung bis 55 % möglich.

Für  $\text{Al(O)}_x$  wurden ebenfalls zwei Temperreihen durchgeführt. Diese bestehen aus einer Probenreihe, die mit 15 sccm  $\text{O}_2$  im Plasmagas und eine, welche mit 19,6 sccm  $\text{O}_2$  im Plasmagas hergestellt wurden. Von jeder Probenserie bleibt jeweils eine ungetempert und jeweils eine wird bei 200°C, 250°C und 300°C drei Stunden getempert. Dabei ergibt sich die Abhängigkeit von der Temper-Temperatur nach Abbildung 3-18. Hier sind alle Zerstörschwellen für die Probenreihe mit 15 sccm  $\text{O}_2$  höher (ca. 5,5  $\text{J/cm}^2$ ) als die der Probenreihe mit 19,6 sccm  $\text{O}_2$ -Fluss im Plasmagas (maximal 2,5  $\text{J/cm}^2$ ). Unter Einbeziehung der vorhandenen Messunsicherheit hat die Temperbehandlung keinen Einfluss auf die ermittelte Zerstörfestigkeit der Schicht. Anders bei der Probenreihe, die mit 19,6 sccm Sauerstofffluss im Plasmagas beschichtet wurde. Hier ist ab 250°C eine Abnahme der Zerstörschwelle feststellbar. Bei 300°C liegt die Zerstörschwelle 60 % niedriger als bei der ungetemperten und bei der bei 200°C getemperten Probe.

Bei den Proben für Aluminiumoxid ist keine Kristallisation der Schichten unter dem Mikroskop zu erkennen.  $\text{Al}_2\text{O}_3$  gehört wie  $\text{SiO}_2$  zu den Materialien, die bei 300°C nicht so leicht kristallisieren [9].

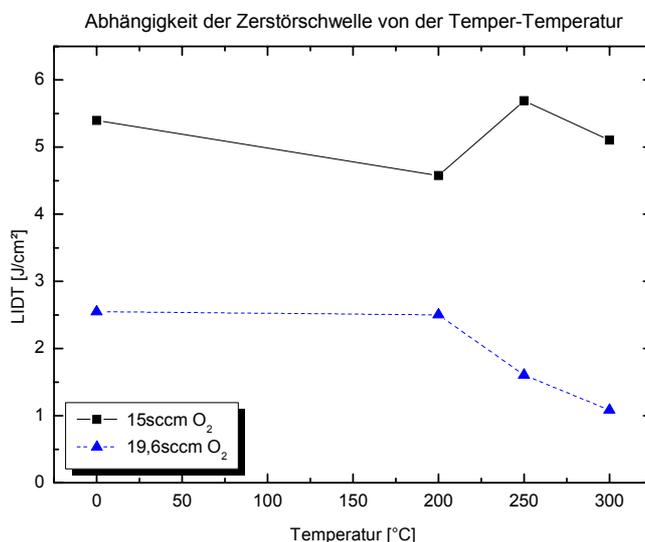


Abbildung 3-18: Abhängigkeit der Zerstörschwelle von der Temper-Temperatur für  $\text{Al(O)}_x$

### 3.7. Messergebnisse an Vielschichtenspiegeln für 1064 nm

Nachdem die Untersuchungen an den Einzelschichten durchgeführt und die möglichst optimalen Parameter ermittelt worden sind, können nun Multischichten hergestellt

werden. Aus den vorangegangenen Ergebnissen ergibt sich für die Herstellung der Multischichtsysteme die Verwendung von  $\text{SiO}_2$  als niedrigbrechende Komponente und  $\text{TiO}_2$  als höherbrechende Komponente. Da die Zerstörschwellen von  $\text{TiO}_2$  und  $\text{Al}_2\text{O}_3$  in der gleichen Größenordnung liegen, fällt die Entscheidung auf  $\text{TiO}_2$ , da dessen Beschichtungsprozess an der hier zu verwendenden Anlage besser beherrschbar ist.

Für die  $\text{Ti}(\text{O})_x$ -Proben mit den am besten geeigneten Parametern werden mittels Ellipsometrie die Brechzahl und der Extinktionskoeffizient ermittelt (Abbildung 3-19). Diese optischen Konstanten werden ebenfalls für  $\text{SiO}_2$  bestimmt (Anhang A1: unteres Diagramm). Ausschlaggebend dabei sind die Werte bei der Laserwellenlänge  $\lambda = 1064 \text{ nm}$ . Da in 10 nm-Schritten und deshalb nicht genau bei dieser Wellenlänge gemessen wird, werden die Werte bei 1060 nm verwendet. Diese Werte sind in Tabelle 4 zusammengestellt. Die optischen Konstanten werden zur Ermittlung des Schichtdesigns mittels IMD-Software [30] für möglichst hohe Reflektivität bei der zu verwendenden Laserwellenlänge  $\lambda = 1064 \text{ nm}$  benötigt.

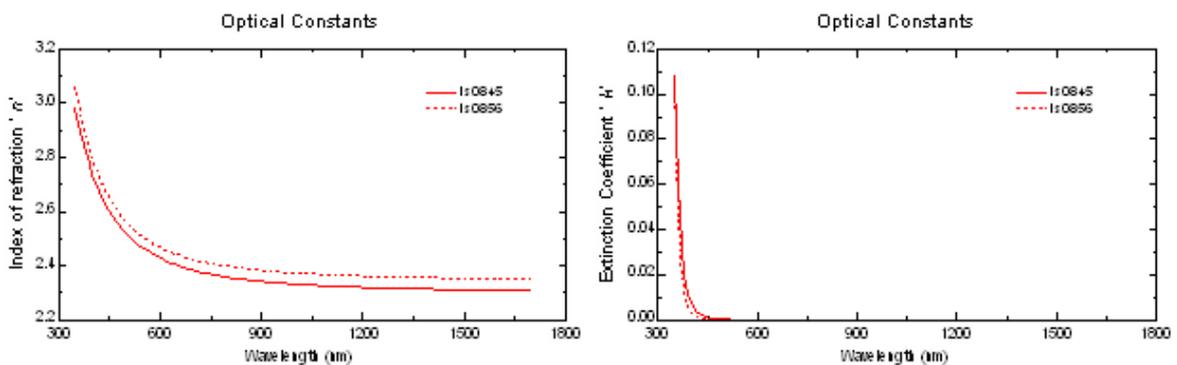


Abbildung 3-19: Darstellung der mittels des spektroskopischen Ellipsometers VASE ermittelten optischen Konstanten (Brechungsindex  $n$ , Extinktionskoeffizient  $k$ ) – Durchführung: B. Leupolt (IWS)

Tabelle 4: Auflistung der mittels Ellipsometrie ermittelten optischen Konstanten der Einzelschichten, die für die Multischichten Verwendung finden

Schichtmaterial	Probennummer	Brechzahl $n(1060 \text{ nm})$	Extinktionskoeffizient $k(1060 \text{ nm})$
$\text{TiO}_2$	IS 0845	2,3269	5,4316E-8
$\text{TiO}_2$	IS 0856	2,3684	7,5692E-10
$\text{SiO}_2$	IS 0913	1,4702	0

Als Deckschicht wird  $\text{SiO}_2$  mit der Dicke  $\lambda/2$  verwendet. Da diese Schicht eine hohe Zerstörschwelle von ca.  $30 \text{ J/cm}^2$  aufweist und das Intensitätsmaximum des elektrischen Feldes in dieser liegt, kann die Zerstörfestigkeit des Schichtsystems erhöht werden.

Dadurch ergibt sich ein Design nach Abbildung 3-20, welches mit der Anlage IonSys 1600 hergestellt werden soll. Im Wesentlichen besteht es aus drei  $\text{SiO}_2/\text{TiO}_2$ -Schichtstapeln mit einer  $\lambda/2$ -Deckschicht aus  $\text{SiO}_2$  auf dem Glas-Substrat. Um den Zeitaufwand für die Schichtherstellung in Grenzen zu halten, werden hier nur so viele Schichtstapel verwendet, wie für eine Reflexion  $> 90\%$  bei  $\lambda = 1064\text{ nm}$  notwendig sind.

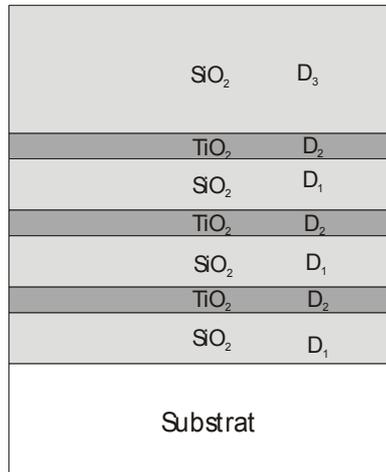


Abbildung 3-20: schematische Darstellung des herzustellenden Schichtaufbaus für die Laserreflexionsoptiken, dabei stehen  $D_1$ ,  $D_2$  und  $D_3$  für die jeweiligen Schichtdicken

Aus dem Schichtdesign und den dazugehörigen Brechzahlen und Schichtdicken kann eine Simulation des Transmissionsverhaltens über den Wellenlängenbereich von 350 nm bis 1700 nm vorgenommen werden. Dazu wird das Programm IMD von D. Windt genutzt. Eine solche Transmissionskurve ist für die Probe IS 0958 in Abbildung 3-21 gegenüber der gemessenen Transmission dargestellt. Die Simulation erfolgt für drei Schichtstapel mit je 274 nm Dicke und einem  $\gamma(\text{TiO}_x / \text{SiO}_x) = 0,463$  und einer 353 nm dicken  $\text{SiO}_2$ -Deckschicht auf Siliziumsubstrat. Diese Transmissionswerte werden für einen Einfallswinkel der Strahlung unter  $85^\circ$  erhalten. Was den Bedingungen bei der Zerstörschwellenbestimmung in dem vorhandenen Messaufbau entspricht.

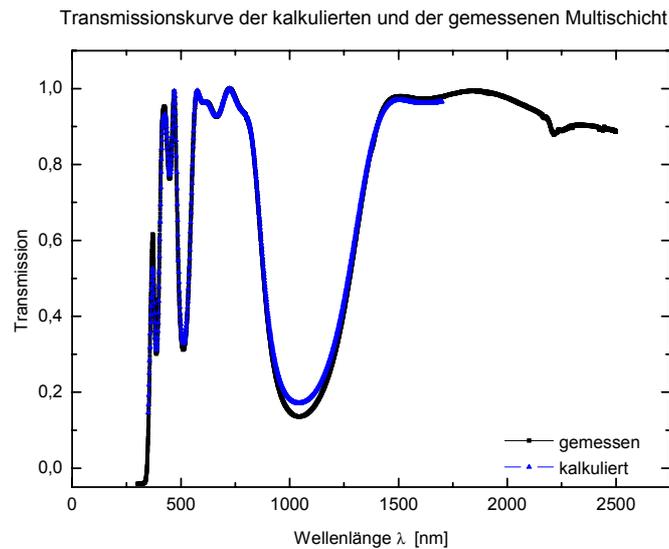


Abbildung 3-21: kalkuliert und experimentell ermittelte Transmissionskurve einer Multischicht (Probe IS 0958)

Um das mit dem Programm errechnete Design herzustellen, werden die Beschichtungsparameter der Einzelschichten nach Tabelle 5 verwendet.

Tabelle 5: Herstellparameter der Einzelschichten, die für die Multischichten eingesetzt werden

Probe	Target	Zeit [s]	Ionenstrahlspannung [V]	Ionenstrahlstrom [mA]	Acceleratorspannung [V]	Sputtergasfluss [sccm]	Sputtergas	Reaktivgasfluss [sccm]	Reaktivgas	Schichtdicke [nm]	Rate [ $\text{\AA}/\text{s}$ ]
IS0845	Ti	1960	1200	650	350	8	Kr	19,6	O <sub>2</sub>	107,7	0,549
IS0856	Ti	1683	1200	550	150	14	Kr	15	O <sub>2</sub>	103,6	0,616
IS0913	Si	1083	1200	500	150	14	Kr	19,6	O <sub>2</sub>	92,4	0,853

Für die Bestimmung der Zerstörschwellen an Multischichten werden vier Beschichtungsprozesse durchgeführt. Dabei werden die Schichtzusammensetzungen variiert. Diese sind in Tabelle 6 aufgelistet. Die darin enthaltenen Schichtdicken der Einzelschichten werden mittels Ellipsometrie bestimmt. Für die Probe IS 0958 sind die Ergebnisse der ellipsometrischen Messung im Anhang A3 vollständig angegeben. Auch das aus den Daten kalkulierte Reflexionsverhalten in Abhängigkeit von der Wellenlänge.

Die Proben IS 0947 und IS 0958 werden mit einer anderen Ti(O)<sub>x</sub>-Schicht hergestellt, um die Beschichtungsrate heraufzusetzen und somit die Beschichtungszeit zu verkürzen.

Tabelle 6: Multischichtzusammensetzung der zu verwendenden Proben, Ermittlung der Schichtdicken mittels Ellipsometrie auf einem Si-Substrat, welches als Referenz mit beschichtet wurde

Probe	Ti(O) <sub>x</sub> -Schicht nach Probennummer	Si(O) <sub>x</sub> -Schicht nach Probennummer	Schichtdicken der Einzelschichten [nm] Substrat-Si(O) <sub>x</sub> -Ti(O) <sub>x</sub> - Si(O) <sub>x</sub> -Ti(O) <sub>x</sub> -Si(O) <sub>x</sub> -Ti(O) <sub>x</sub> - Si(O) <sub>x</sub>
IS 0940	IS 0845	IS 0913	Substrat-201,41-89,593- 204,3-101,15-211,92- 96,066-490,88
IS 0944	IS 0845	IS 0913	Substrat-210,52-128,26- 218,79-130,71-213,21- 127,37-496,14
IS 0947	IS 0856	IS 0913	Substrat-195,35-127,66- 198,58-128,31-196,92- 128,31-461,15
IS 0958	IS 0856	IS 0913	Substrat-147,35-126,94- 151,76-125,4-153,77- 126,77-352,32

Für die Multischichten werden ebenfalls die Zerstörschwellen bestimmt. Die dabei erhaltenen Werte sind in Abbildung 3-22 dargestellt. Bei der Probenreihe IS 0940 existiert auch eine Zerstörschwelle für ein Substrat ohne Ultraschallreinigung. Diese liegt nahe Null und somit im Diagramm nicht zu erkennen. Außerdem ist die Messunsicherheit bei so geringen Werten sehr hoch. Die Zerstörfestigkeiten der Proben IS 0940 (Ultraschallreinigung) und IS 0944 sind mit etwa 1 J/cm<sup>2</sup> sehr niedrig. Bei der Probe IS 0947 wird eine etwas höhere Zerstörschwelle bestimmt. Ein großer Sprung ist für die Probe IS 0958 zu verzeichnen. Hier wird ein Wert von 16,3 J/cm<sup>2</sup> erreicht. Da sich der Maximalpeak des elektrischen Feldes in der Deckschicht befinden soll, liegt der erhoffte Wert allerdings bei der Zerstörschwelle von Si(O)<sub>x</sub> (etwa 30 J/cm<sup>2</sup>). Da dies nicht erreicht wird, könnte an der größeren Schichtdicke liegen. Denn je dicker die Schicht, desto größer ist die Wahrscheinlichkeit für das Einbringen von Defekten, was die Zerstörschwelle herabsetzt. Eine weitere Ursache für das schnellere Versagen der Multischicht könnte auch die Grenzfläche zwischen den einzelnen Schichten sein. Denn diese sind

gewöhnlich wegen der Grenzflächenabsorption und mikrokristalliner Phasenversätze zwischen den zwei Schichtmaterialien schwächer [12].

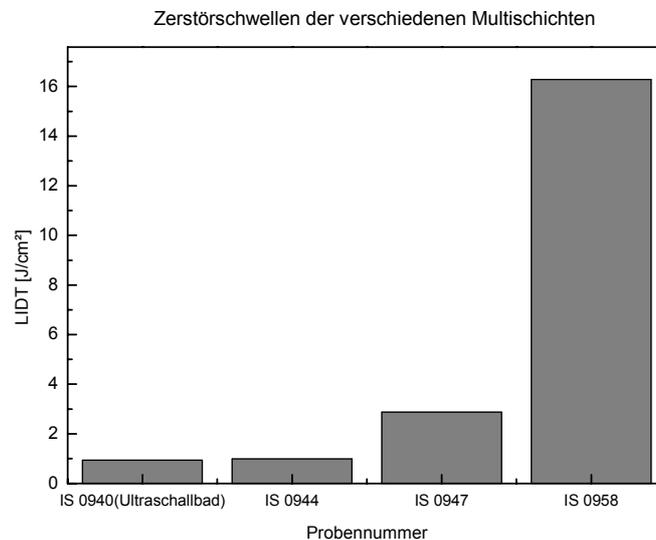


Abbildung 3-22: Darstellung der Zerstörschwellen der verschiedenen Multischicht-Proben

Da die Extinktionskoeffizienten laut ellipsometrisch bestimmten Daten Null ist, kann die Absorption nicht ausschlaggebend für die Zerstörschwellenunterschiede sein. Es ist zu vermuten, dass es an der Verteilung des elektrischen Feldes in der Multischicht liegt, d.h. von den Schichtdicken abhängig ist. Bei den hier durchgeführten Versuchen hat sich das Design der Probe IS 0958 als das am besten geeignete herausgestellt.

Zur Untersuchung des Einflusses des Substrates auf die Zerstörschwelle wird das Multischichtsystem der Probe IS 0958 zusätzlich auf einem SUP2-Glassubstrat der Firma Heraeus abgeschieden. Der Vergleich der erhaltenen Werte zeigt innerhalb der Messunsicherheit keinen Unterschied (siehe Abbildung 3-23).

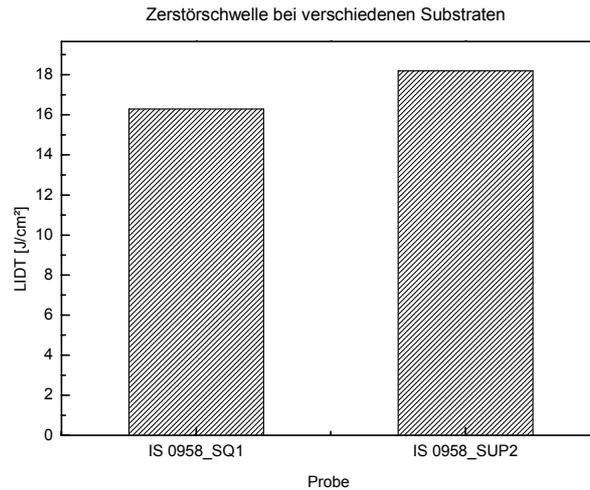


Abbildung 3-23: Vergleich der Zerstörschwellen des Multischichtsystems IS 0958 auf zwei verschiedenen Glassubstraten

### 3.7.1. Einfluss der Temperbehandlung auf die Zerstörschwelle der Vielschichtenspiegel

Laut den Ergebnissen von J. Yao et al. [29] kann die Zerstörschwelle von Multischichtspiegeln, die mittels Elektronenstrahlverdampfens hergestellt werden, durch Tempern um 50 % erhöht werden. Deshalb soll hier untersucht werden, ob dies auch bei Multischichtspiegeln, die mittels Ionenstrahlputterns entstehen, der Fall ist. Dazu wird jeweils eine Probe von den Multischichten für drei Stunden bei 250°C getempert. Ein Vergleich der Zerstörschwellen der getemperten Probe mit der entsprechenden unbehandelten Probe zeigt, dass bei den Probenreihen IS 0940, IS 0944 und IS 0947 eine Anhebung der Zerstörschwellen durch die Temperbehandlung erreicht wird. Es tritt bei der Probe IS 0944 eine Steigerung von 600 % auf. Die beiden anderen erreichen durch Temperung eine ca. 250 % höhere Zerstörschwelle als ohne Temperbehandlung. Bei der Probe IS 0958, die ohne Nachbehandlung die höchste Zerstörschwelle besitzt, hat dies auch nach der Temperbehandlung. Allerdings geht hier die Zerstörfestigkeit um 30 % auf 11,3 J/cm<sup>2</sup> zurück.

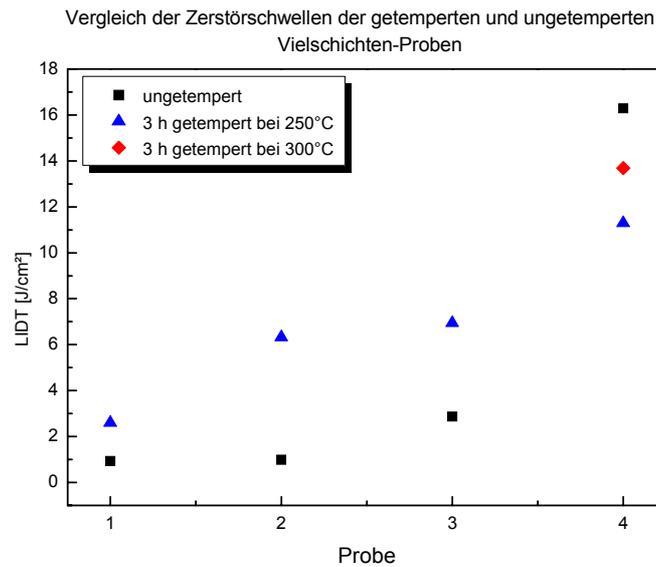


Abbildung 3-24: Darstellung der Zerstörschwellen der Probenserien IS 0940 (hier: 1), IS 0944 (2), IS 0947 (3), IS 0958 (4); je eine Probe ohne Nachbehandlung und eine Probe drei Stunden bei 250°C getempert, für IS 0958 zusätzlich eine Probe drei Stunden bei 300°C getempert

Von der Probenserie IS 0958 wird zusätzlich eine Probe für drei Stunden bei 300°C getempert. Dabei kommt es zur Kristallisation in der Vielschicht. Da bei den Versuchen an Einzelschichten gezeigt werden konnte, dass bei  $Ti(O)_x$  ab einer Tempertemperatur von 300°C Kristallisation auftritt, führt dieses Schichtmaterial der Multischicht vermutlich auch hier zur Kristallisation (siehe Abbildung 3-25). Wodurch es auch hier zu einer Verringerung der Zerstörschwelle nach der Wärmebehandlung gegenüber der unbehandelten Probe kommt.

Warum die Zerstörschwelle dieser Probe bereits bei einer Tempertemperatur von 250°C abnimmt, die der anderen Proben aber steigt, könnte an dem größeren Schichtdickenverhältnis  $\gamma$  von  $Ti(O)_x$  zu  $Si(O)_x$  liegen. Da hier der Anteil an Titanoxid als leicht kristallisierendes Material am größten ist und sich somit eine Strukturveränderung, die aber unter dem Mikroskop nicht feststellbar ist, auf die Zerstörschwelle auswirkt.

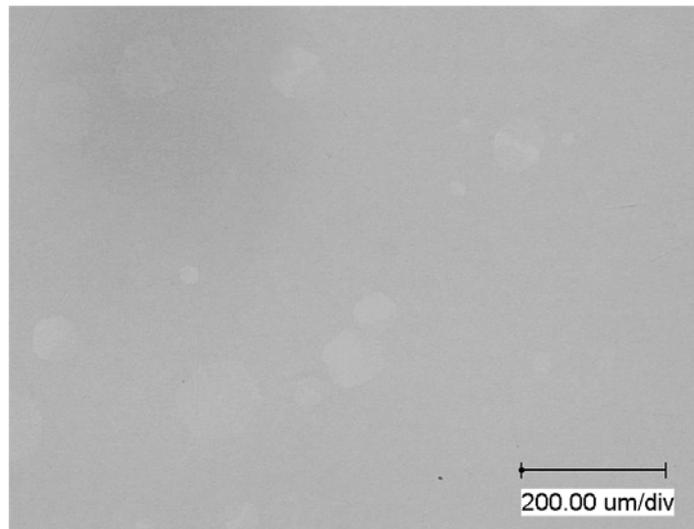


Abbildung 3-25: Bildung von Kristallen bei der Multischicht-Probe IS 0958 nach einer dreistündigen Temperung bei 300°C unter Luftatmosphäre, Mikroskopie bei 200-facher Vergrößerung

Es ist durchaus sinnvoll zur Erhöhung der Zerstörfestigkeit der Vielschichtenspiegel eine Wärmebehandlung durchzuführen. Allerdings darf dabei die Temperatur nicht zu hoch gewählt werden, da  $\text{TiO}_2$  bereits ab 300°C anfängt zu kristallisieren. Es ist eine Temperbehandlung für drei Stunden bei 250°C zu empfehlen. Allerdings ist solch eine Temperung anscheinend für einen hohen  $\text{TiO}_2$ -Schichtdickenanteil nicht sinnvoll, sondern eher nachteilig in Bezug auf eine hohe Zerstörschwelle.

## 4. Einfluss der Partikelbelegung auf die Zerstörschwelle

Während der Auswertung der Bestrahlungsexperimente ist aufgefallen, dass sich mitunter starke Schwankungen der Zerstörschwellen ergeben. Teilweise haben Einzelschichten, die mit ähnlichen Parametern hergestellt sind, ganz unterschiedliche Zerstörfestigkeiten. Da vermutet wird, dass Partikel bzw. Schichtrauheiten die Ursache sind, werden die entsprechenden Proben mit dem AFM untersucht. Ein besonders großer Unterschied in den Zerstörschwellen stellt sich bei den zwei  $Ti(O)_x$ -Proben, die zum Vergleich in Abbildung 4-1 angegeben sind, heraus.

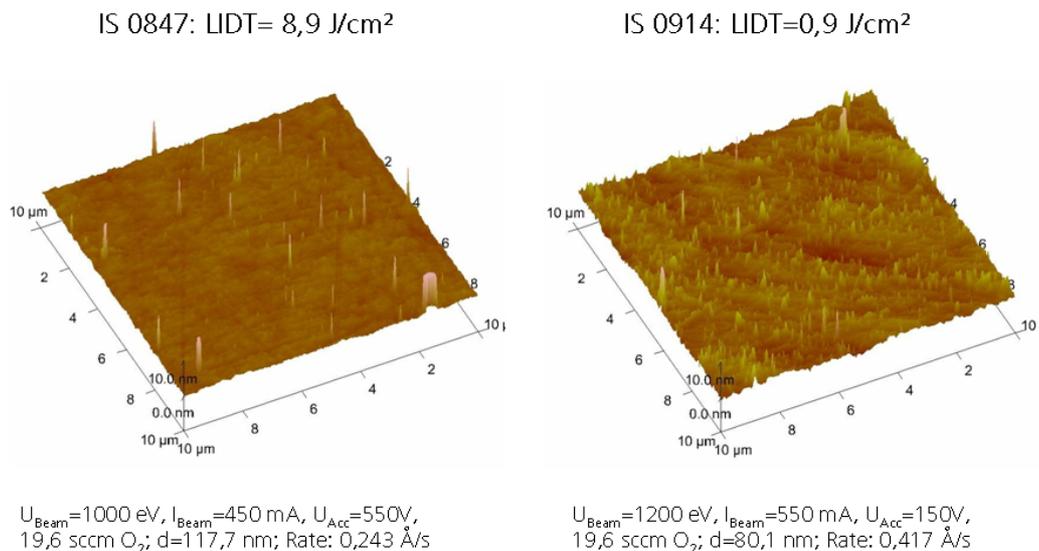


Abbildung 4-1: Vergleich der Oberflächen von zwei  $Ti(O)_x$ -Einzelschichten auf Glas-Substrat, aufgenommen mit dem AFM „Veeco Dimension V“, Bearbeiter: P. Gawlitza

Bei diesen beiden Proben ergibt sich der Zusammenhang, dass eine nicht so glatte und mit vielen Partikeln belegte Probe eine niedrigere Zerstörschwelle besitzt. Hier in diesem Beispiel nur  $0,9 \text{ J/cm}^2$ . Da bei der Herstellung der Probe IS 0914 der Neutralisator defekt war, kann es zu vielen Überschlügen gekommen sein, die zu der großen Anzahl Partikel geführt haben. Verstärkt wird die Anzahl der Überschlüge noch durch das in vorangegangenen Beschichtungsprozessen abgeschiedene  $Si(O)_x$  in der Anlage. Damit ist diese ermittelte Zerstörschwelle nicht aussagekräftig für die Schicht und sollte in der Auswertung nicht berücksichtigt werden.

Aufbauend auf diesem Ergebnis soll der Einfluss der Überschlüge auf die Partikeldichte des Substrates untersucht werden. Dazu wird ein SQ1-Glas-Substrat bewusst vielen Überschlügen ausgesetzt und bei einem anderen die Überschlüge vermieden. Zur Vermeidung der Überschlüge wird die Beschichtungskammer und der Substrathalter vorher mit Aluminium besputtert, um diese leitfähig zu machen. Außerdem kommt der

Neutralisator zum Einsatz. Es ergeben sich nach der Behandlung der beiden Substrate folgende AFM-Aufnahmen:

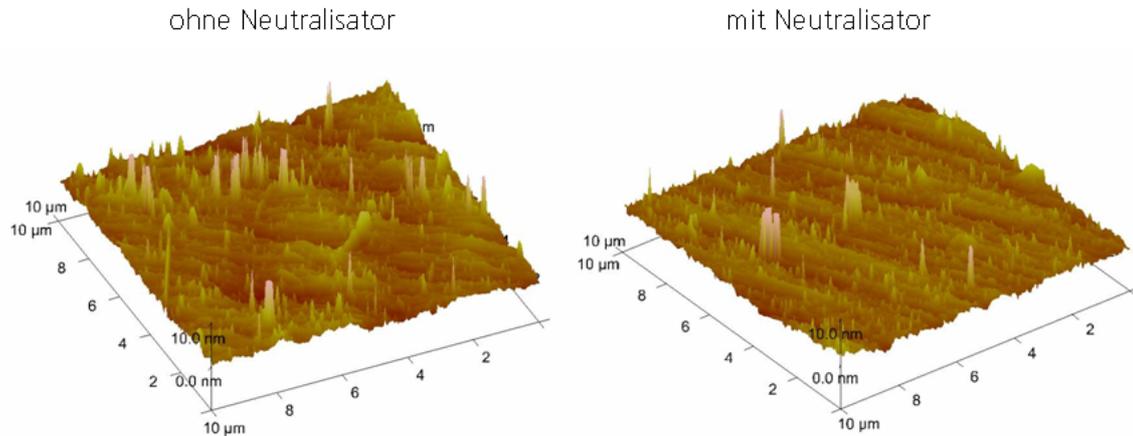


Abbildung 4-2: AFM-Aufnahmen zum Vergleich der Glas-Substratoberfläche, die Überschlägen ausgesetzt war (ohne Neutralisator) mit der Glas-Substratoberfläche, die keinen Überschlägen ausgesetzt war (mit Neutralisator), Bearbeiter: P. Gawlitza

Bei der Probe ohne Neutralisator sind viele große Partikel zu erkennen und im Allgemeinen erscheint die Oberfläche etwas rauer. Wogegen bei der Probe mit Neutralisator nur sehr wenige große Partikel auftreten. Aber dafür sind sehr viele kleine Partikel vorhanden und die Probenoberfläche weist eine geringere Rauigkeit auf. Die gleichen Eigenschaften von Anzahl der großen Partikel und Rauheit der Oberfläche weisen die als Referenz mitbehandelten Si-Substrate auf. Nur sind da die Rauigkeitswerte niedriger, da das blankes Siliziumsubstrat eine sehr geringe mittlere Rauigkeit von etwa  $1 \text{ \AA}$  aufweist (Abbildung 4-3).

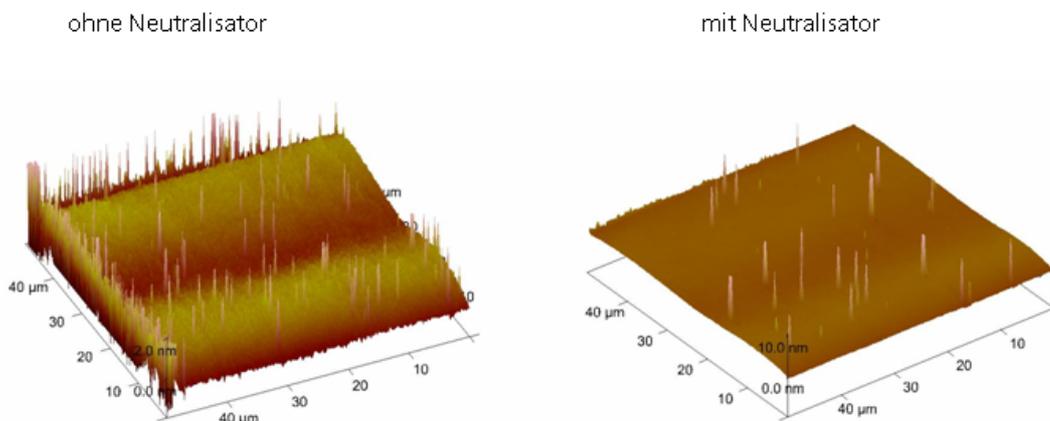


Abbildung 4-3: AFM-Aufnahmen zum Vergleich der Si-Substratoberfläche, die Überschlägen ausgesetzt war (ohne Neutralisator) mit der Si-Substratoberfläche, die keinen Überschlägen ausgesetzt war (mit Neutralisator), Bearbeiter: P. Gawlitza

Aus diesen Ergebnissen resultiert, dass durch die Vermeidung von Überschlügen weniger große Partikel auftreten und die Oberfläche etwas glatter wird. Es ist zu vermuten, dass dadurch die Zerstörfestigkeit etwas erhöht werden kann. Aber die Ermittlung der Zerstörschwellen für diese Proben ergibt keinen deutlichen Einfluss der Überschlüge auf das Ergebnis (siehe Abbildung 4-4). Innerhalb der Messunsicherheit bei der Zerstörschwellenbestimmung haben die Überschlüge, die in der Beschichtungskammer auftreten, keinen Einfluss auf die Zerstörschwelle. Allerdings wurden hier nur die Glassubstrate behandelt und keine Schicht aufgebracht. Es kann sein, dass bei einem Beschichtungsprozess ein Unterschied nachweisbar ist, so wie es bei dem vorhergehenden Beispiel von  $Ti(O)_x$  der Fall ist. Denn durch die Überschlüge kann die Schichtstruktur durch Einbringen von Defekten gestört werden, während sie sich bei den Glassubstraten nur auf der Oberfläche anlagern.

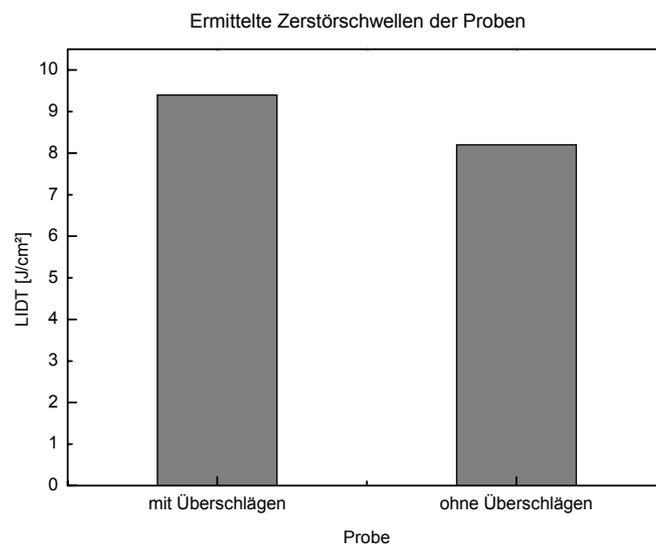


Abbildung 4-4: Gegenüberstellung der ermittelten Zerstörschwellen der Probe, die in der IonSys 1600 mit Überschlügen behandelt wurde und der Probe, bei der keine Überschlüge aufgetreten sind

Erstaunlich ist allerdings der Vergleich der AFM-Aufnahmen der Oberflächen einer  $Ti(O)_x$ -Schicht mit einer  $Si(O)_x$ -Schicht auf SQ1-Glassubstraten, welcher in Abbildung 4-5 dargestellt ist. Denn hier liegt die Zerstörschwelle der  $Si(O)_x$ -Schicht trotz der viel raueren und mit mehr Partikeln belegten Oberfläche ungefähr dreimal so hoch wie die der  $Ti(O)_x$ -Schicht.

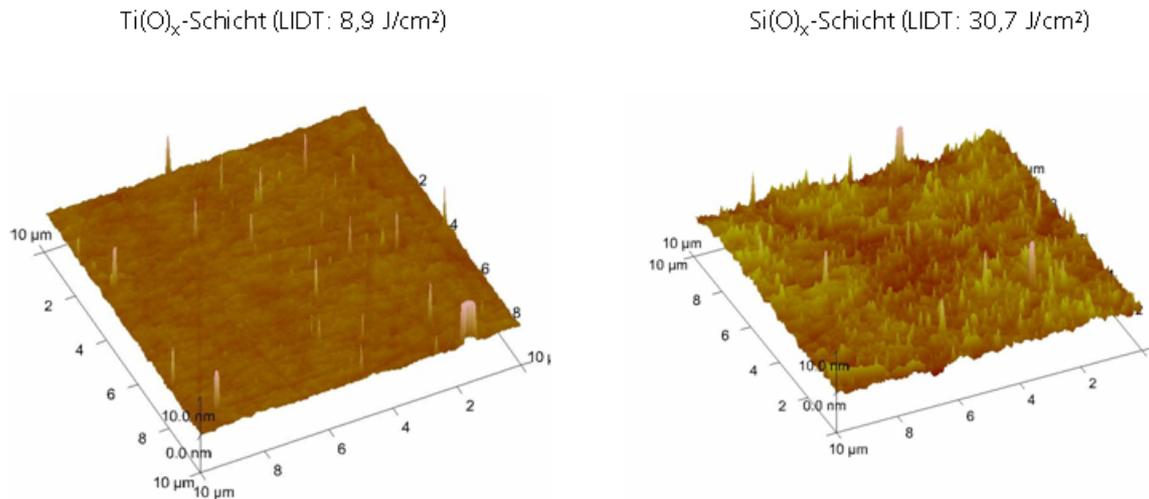


Abbildung 4-5: AFM-Aufnahmen zum Vergleich der Oberfläche einer  $Ti(O)_x$ -Schicht mit der Oberfläche einer  $Si(O)_x$ -Schicht, aufgenommen mit dem AFM „Veeco Dimension V“, Bearbeiter: P. Gawlitza

Danach scheint die Oberflächenrauheit und die Partikelbelegung auf verschiedene Schichtmaterialien unterschiedlich starke Auswirkungen zu haben. Wie bereits in Abbildung 4-1 gezeigt, haben diese Parameter bei  $Ti(O)_x$  einen großen Einfluss auf die Zerstörschwelle.

Zum Schluss soll noch der Einfluss der Substratrauheit auf die Schichtrauheit und die Zerstörschwelle untersucht werden. Dazu werden zwei verschiedene Glassubstrate verwendet. Das eine ist das auch in den vorhergehenden Versuchen verwendete SQ1-Glassubstrat der Firma SICO Technology GmbH und das andere ist ein SUP2-Glassubstrat der Firma Heraeus. Den AFM-Aufnahmen aus Abbildung 4-6 sind die Rauheiten  $\sigma$  für die Glassubstrate zu entnehmen. Das SUP2-Substrat weist mit rund 0,3 nm eine wesentlich geringere mittlere Rauigkeit als das SQ1-Substrat mit rund 2 nm auf. In den Aufnahmen sind bei dem SQ1-Substrat starke Schleifspuren zu erkennen. Bei dem SUP2-Substrat dagegen sind die Schleifspuren nur sehr flach ausgeprägt, was sich auch in dem Rauigkeitswert widerspiegelt.

Beide Substrate werden mit dem gleichen Multischichtsystem in einem Beschichtungsprozess hergestellt. Das Schichtdesign ist das der Probe IS 0958.

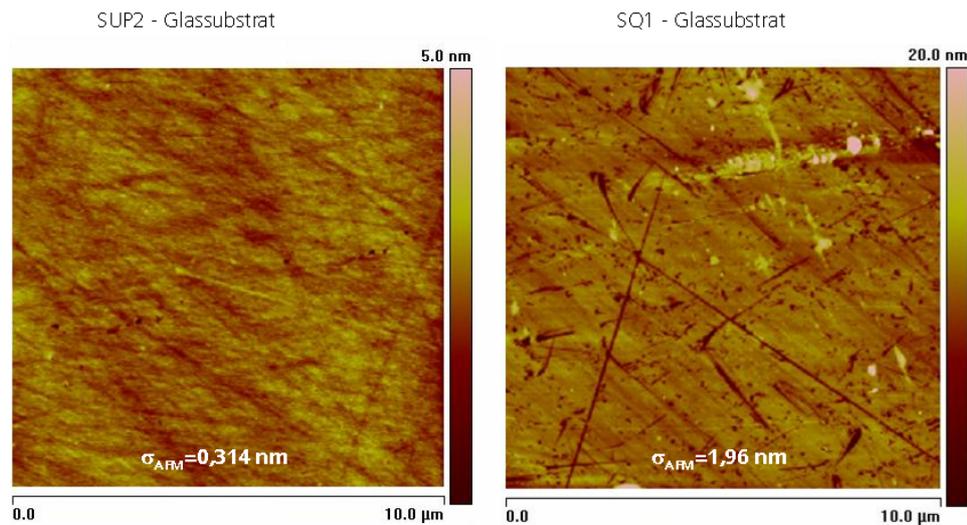


Abbildung 4-6: Gegenüberstellung der mittels AFM ermittelten Rauheiten der beiden Glassubstrate SUP2 (von Heraeus) und SQ1 (von SICO), aufgenommen mit dem AFM „Veeco Dimension V“, Bearbeiter: P. Gawlitza

Der Vergleich der Zerstörschwellen wird in Abbildung 3-23 gezeigt. Wie dort schon erwähnt, ist innerhalb der Messunsicherheit kein Unterschied der Zerstörfestigkeit feststellbar. Die Rauigkeiten der Glassubstrate und der Multischichten sind in Tabelle 7 zusammengestellt. Bei dem SQ1-Substrat, wo die Rauigkeit des blanken Substrates schon hoch ist, liegt die Rauigkeit mit der Beschichtung noch etwas höher. Auch bei dem SUP2-Substrat nimmt die Rauigkeit durch die Beschichtung zu. Hier allerdings viel stärker als bei dem SQ1-Glassubstrat. Aber insgesamt ist das beschichtete SUP2-Substrat nur halb so rau wie das beschichtete SQ1-Substrat. In der Zerstörschwelle ist nur ein minimaler Anstieg wahrzunehmen, der aber aufgrund der Messunsicherheit nicht als relevant gilt. Aus den Rauigkeitswerten in Tabelle 7 ist zu erkennen, dass die Rauigkeit der Schicht nicht nur durch das Schichtwachstum sondern auch durch die Substratrauheit beeinflusst wird.

Tabelle 7: Zusammenstellung der Rauigkeitswerte für die beschichteten und unbeschichteten SQ1- und SUP2-Glassubstrate

Glassubstrat	beschichtet/unbeschichtet	Rauigkeit $\sigma_{AFM}$ [nm]
SQ1	unbeschichtet	1,96
SQ1	beschichtet mit Multischicht IS 0958	2,27
SUP2	unbeschichtet	0,31

SUP2	beschichtet mit Multischicht IS 0958	1,16
------	---	------

## 5. Detektierte Beschädigungsmorphologien

Bei der Ermittlung der Zerstörschwellen werden die Bestrahlungsorte auf der Probe mit einem Digitalmikroskop auf Beschädigungen untersucht. Dabei werden unterschiedliche Beschädigungsformen festgestellt. Auf diese soll in diesem Kapitel kurz eingegangen werden.

## 6. Zusammenfassung und Ausblick

## Anhang A1

Bestimmung der Positioniergenauigkeit der Probe, um für die Laserspottfläche einen Fehler  $\leq 1\%$  zu erhalten.

Ermittlung der Abhängigkeit des Laserstrahldurchmessers vom Abstand zur Linse:

Daraus kann durch lineare Interpolation der Anstieg  $m$  ermittelt werden.

$$m =$$

Dabei ist

$$m = \frac{\Delta w}{\Delta s}$$

und die Fläche (näherungsweise kreisförmig) ist:

$$A = \frac{\pi \cdot w^2}{4}$$

Die Fläche nach  $w$  abgeleitet, ergibt:

$$\Delta A = \frac{\pi D}{2} \cdot \Delta D$$

Der relative Fehler ergibt sich dann zu:

$$\frac{\Delta A}{A} = 0,01 = 2 \cdot \frac{\Delta w}{w}$$

Damit resultiert für Positioniergenauigkeit  $\Delta s$ :

$$\Delta s = \frac{0,005 \cdot w}{m}$$

$$\Delta s =$$

## Anhang A2

Ergebnisse der Ellipsometrie an Proben auf c-Si, die während eines Beschichtungsprozesses als Referenz mit hergestellt werden:

Durchführung: Frau B. Leupolt am Fraunhofer IWS, Dresden

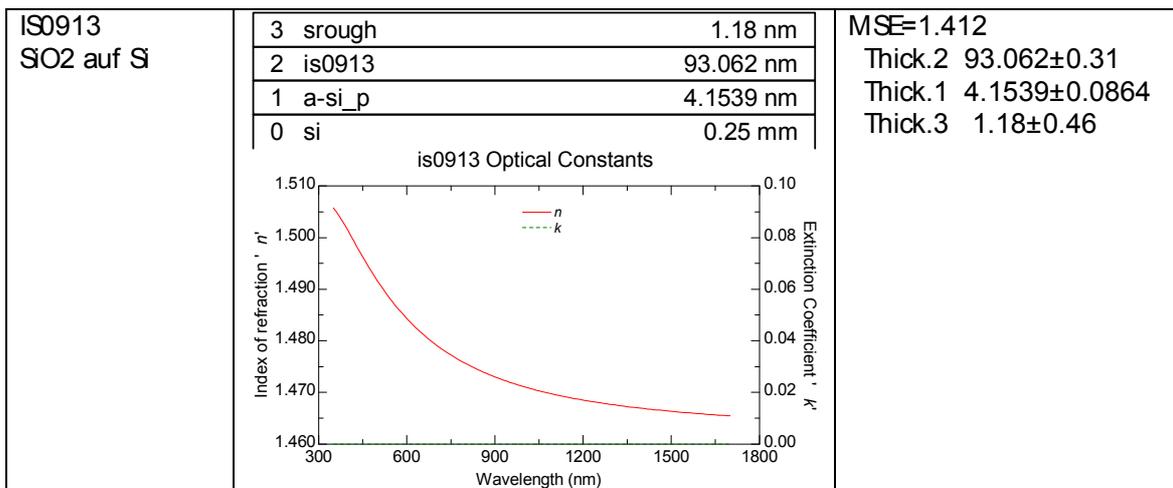
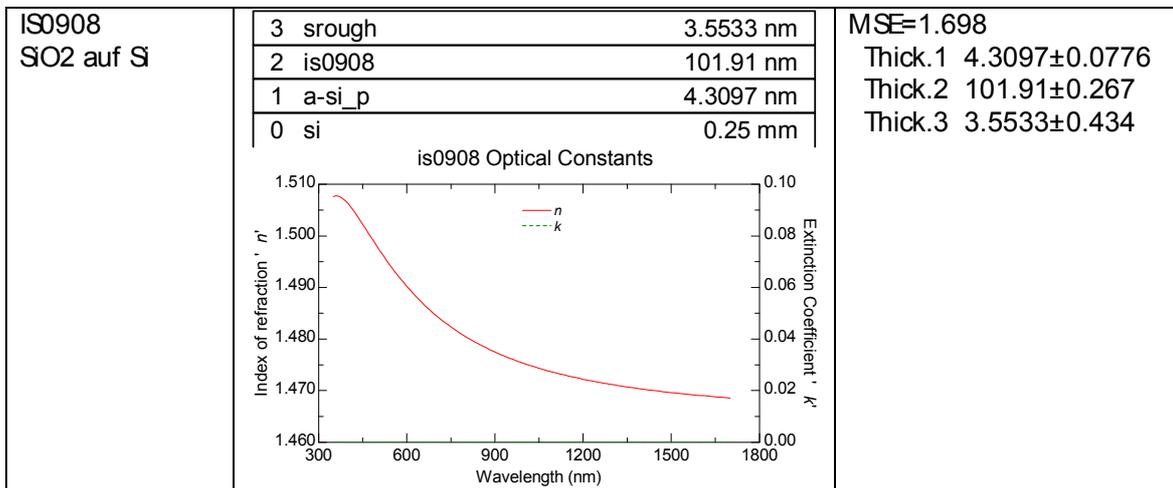
Gerät: Spektroskopisches Ellipsometer VASE

Aufgabe: Ermittlung der optischen Konstanten (n, k) und der Schichtdicke

Messbereich:  $\lambda = 350\text{nm} - 1700\text{nm}$  in 10nm-Schritten

Modell: kompakte Schicht + Srough (EMA: 50 % kompakte Schicht + 50 %

kugelförmige Voids)



# Anhang A3

Ergebnisse der Ellipsometrie für die Probe IS 0958

Referenz-Schicht auf c-Si, die während des Beschichtungsprozesses mit hergestellt wird:

Durchführung: Frau B. Leupolt am Fraunhofer IWS, Dresden

Gerät: Spektroskopisches Ellipsometer VASE

Aufgabe: Ermittlung der optischen Konstanten (n, k), der Schichtdicke und Simulation des Reflexionsverhaltens der Schicht

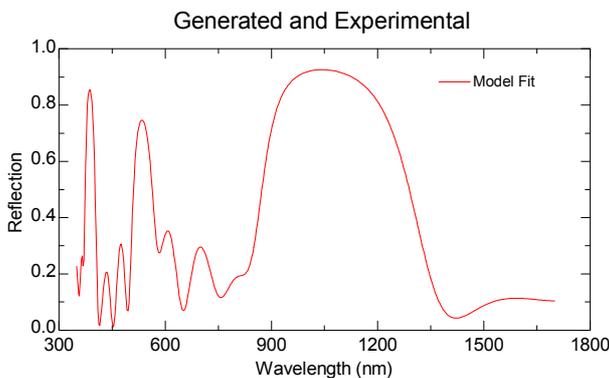
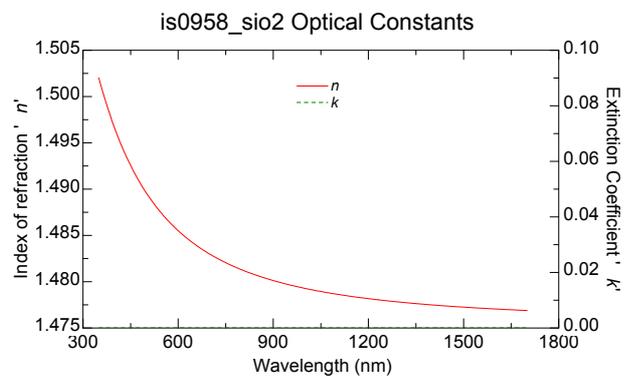
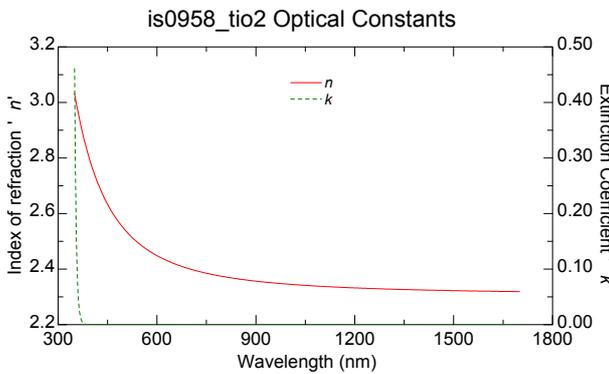
Messbereich:  $\lambda = 350\text{nm} - 1700\text{nm}$  in 2,5 nm-Schritten

### Optisches Modell

8	(is0958_sio2) Coupled to #2	352.32 nm
7	(is0958_tio2) Coupled to #3	126.77 nm
6	(is0958_sio2) Coupled to #2	153.77 nm
5	(is0958_tio2) Coupled to #3	125.4 nm
4	(is0958_sio2) Coupled to #2	151.76 nm
3	is0958_tio2	126.94 nm
2	is0958_sio2	147.35 nm
1	sio2	2 nm
0	si	0.4 mm

### Fitgüte

MSE=11.62  
 Thick.2 147.35±0.281  
 Thick.3 126.94±0.276  
 Thick.4 151.76±0.399  
 Thick.5 125.4±0.251  
 Thick.6 153.77±0.382  
 Thick.7 126.77±0.235  
 Thick.8 352.32±0.352



## Abbildungsverzeichnis

Abbildung 2-1: Aufbau eines Vielschichten-Spiegels nach [1] .....	3
Abbildung 2-2: Verteilung der Elektrischen Feldstärke in einem Vielschichtenspiegel für hohe laserinduzierte Zerstörschwellen nach [2].....	4
Abbildung 2-3: Darstellung des Grundprinzips des IBSD-Prozesses nach [7].....	6
Abbildung 2-4: Illustration der 4 typischen Methoden (1:1, N:1, S:1 und R:1) zur Zerstörschwellenprüfung [11] S.311 .....	8
Abbildung 2-5: Grundprinzip für die 1:1-Prüfung von laserinduzierten Zerstörschwellen nach [].....	9
Abbildung 2-6: Beispiele für die 4 typischen Beschädigungsmorphologien: a) REM-Aufnahme einer knotenförmigen Ausstoßvertiefung auf einem Hf-SiO <sub>2</sub> -Multischicht-Spiegel; b) REM-Aufnahme einer Vertiefung mit flachem Boden auf einer Hf-SiO <sub>2</sub> -Multischicht; c) REM-Aufnahme einer Verbrühung nach einem Einzelschuss auf einen Hf-SiO <sub>2</sub> -Multischicht-Spiegel; d) Optische Nomarski-Mikroskopie einer Ablösung von der Oberfläche einer Hf-SiO <sub>2</sub> -Multischicht (Quelle: [11]) .....	11
Abbildung 3-1: laterales Strahlprofil des Nd:YAG-Lasers, gemessen mit dem Strahlanalysesystem BeamLux II ML 1200 der Firma Metrolux.....	14
Abbildung 3-2: schematische Darstellung des Versuchsaufbaus zur Zerstörschwellenbestimmung .....	16
Abbildung 3-3: Darstellung einer Kalibrierkurve für die Leistungsmessung (Laserleistung auf der Probe in Abhängigkeit der vom Strahlteiler ausgekoppelten Leistung) .....	17
Abbildung 3-4: Ermitteltes Zerstörwahrscheinlichkeitsdiagramm mit linearer Extrapolation gegen die Zerstörwahrscheinlichkeit Null, Beispiel: Ti(O) <sub>x</sub> /Si(O) <sub>x</sub> -Multischicht .....	18
Abbildung 3-5: Vergleich der ermittelten Zerstörschwellenwerte aus der linearen Regression von allen Messpunkten und der linearen Regression der Messpunkte mit einer Zerstörwahrscheinlichkeit > 0 % und < 100 % ...	19
Abbildung 3-6: S-Funktion 2. Grades zur Darstellung des Zerstörwahrscheinlichkeitsverlaufs am Beispiel der Messdaten einer Ti(O) <sub>x</sub> /Si(O) <sub>x</sub> -Multischicht .....	20
Abbildung 3-7: AFM-Aufnahme eines blanken SQ1-Substrates mit Ermittlung der Rauheit $\sigma$ , aufgenommen mit dem AFM „Veeco Dimension V“, Bearbeiter: P. Gawlitza.....	22
Abbildung 3-8: Darstellung der ermittelten laserinduzierten Zerstörschwellen für 5 SiO <sub>2</sub> -Schichten eines Beschichtungsprozesses .....	23
Abbildung 3-9: Darstellung der Glas-Substrat-Anordnung im Probenhalter in der Beschichtungsanlage, auf der rechten Hälfte befindet sich bei der Ionenstrahlreinigung eine Blende vor dem Halter .....	24
Abbildung 3-10: Darstellung der experimentell ermittelten LIDT in Abhängigkeit von der Vorbehandlung des Glas-Substrates.....	24

Abbildung 3-11: Diagramm der erhaltenen Zerstörschwellen in Abhängigkeit vom O <sub>2</sub> -Fluss im Plasmagas während der Beschichtung von Ti(O) <sub>x</sub> und Al(O) <sub>x</sub> .....	26
Abbildung 3-12: Beschichtungsrate in Abhängigkeit vom Sauerstoffdruck von (a) Titanoxid, (b) Zirconiumoxid, (c) Siliziumoxid, (d) Aluminiumoxid aus [22]27	
Abbildung 3-13: Darstellung der ermittelten Zerstörschwellen in Abhängigkeit von der Beschichtungsrate für Al(O) <sub>x</sub> und Ti(O) <sub>x</sub> .....	29
Abbildung 3-14: Abhängigkeit der Zerstörschwelle von der Temper-Temperatur für Si(O) <sub>x</sub>	30
Abbildung 3-15: Abhängigkeit der Zerstörschwelle von der Temper-Temperatur für Ti(O) <sub>x</sub>	31
Abbildung 3-16: Kristallisation der Probe (10 sccm O <sub>2</sub> , 550 mA) nach 3 Stunden Temperung bei 300°C, Mikroskopie bei 1000-facher Vergrößerung .....	31
Abbildung 3-17: Kristallisation der Probe (15 sccm O <sub>2</sub> , 550 mA) nach 3 Stunden Temperung bei 300°C, großes Bild: Mikroskopie bei 500-facher Vergrößerung, kleines Bild: Mikroskopie bei 1000-facher Vergrößerung	32
Abbildung 3-18: Abhängigkeit der Zerstörschwelle von der Temper-Temperatur für Al(O) <sub>x</sub> .....	33
Abbildung 3-19: Darstellung der mittels des spektroskopischen Ellipsometers VASE ermittelten optischen Konstanten (Brechungsindex n, Extinktionskoeffizient k) – Durchführung: B. Leupolt (IWS) .....	34
Abbildung 3-20: schematische Darstellung des herzustellenden Schichtaufbaus für die Laserreflexionsoptiken, dabei stehen D <sub>1</sub> , D <sub>2</sub> und D <sub>3</sub> für die jeweiligen Schichtdicken .....	35
Abbildung 3-21: kalkulierte und experimentell ermittelte Transmissionskurve einer Multischicht (Probe IS 0958) .....	36
Abbildung 3-22: Darstellung der Zerstörschwellen der verschiedenen Multischicht-Proben .....	38
Abbildung 3-23: Vergleich der Zerstörschwellen des Multischichtsystems IS 0958 auf zwei verschiedenen Glassubstraten .....	39
Abbildung 3-24: Darstellung der Zerstörschwellen der Probenserien IS 0940 (hier: 1), IS 0944 (2), IS 0947 (3), IS 0958 (4); je eine Probe ohne Nachbehandlung und eine Probe drei Stunden bei 250°C getempert, für IS 0958 zusätzlich eine Probe drei Stunden bei 300°C getempert .....	40
Abbildung 3-25: Bildung von Kristallen bei der Multischicht-Probe IS 0958 nach einer dreistündigen Temperung bei 300°C unter Luftatmosphäre .....	41
Abbildung 3-26: Vergleich der Oberflächen von zwei Ti(O) <sub>x</sub> -Einzelschichten auf Glas-Substrat, aufgenommen mit dem AFM „Veeco Dimension V“, Bearbeiter: P. Gawlitza .....	42
Abbildung 3-27: AFM-Aufnahmen zum Vergleich der Glas-Substratoberfläche, die Überschlägen ausgesetzt war (ohne Neutralisator) mit der Glas-Substratoberfläche, die keinen Überschlägen ausgesetzt war (mit Neutralisator), Bearbeiter: P. Gawlitza .....	43
Abbildung 3-28: AFM-Aufnahmen zum Vergleich der Si-Substratoberfläche, die Überschlägen ausgesetzt war (ohne Neutralisator) mit der Si-	

---

Substratoberfläche, die keinen Überschlügen ausgesetzt war (mit Neutralisator), Bearbeiter: P. Gawlitza.....	43
Abbildung 3-29: AFM-Aufnahmen zum Vergleich der Oberfläche einer $Ti(O)_x$ -Schicht mit der Oberfläche einer $Si(O)_x$ -Schicht, aufgenommen mit dem AFM „Veeco Dimension V“, Bearbeiter: P. Gawlitza .....	45
Abbildung 3-30: Gegenüberstellung der mittels AFM ermittelten Rauheiten der beiden Glassubstrate SUP2 (von Heraeus) und SQ1 (von SICO), aufgenommen mit dem AFM „Veeco Dimension V“, Bearbeiter: P. Gawlitza .....	46

## Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Parameter, die die laserinduzierte Zerstörschwelle von optischen Schichten beeinflussen nach E.Hacker et al. [23].....	7
Tabelle 2: Typische Anzahl der betroffenen Schichten und typische Durchmesser von Vertiefungen, Vertiefungen mit flachem Boden, Verbrühungen und Ablösungen nach Einzelbeschuss von Hf-SiO <sub>2</sub> -Multischichten mit 3-ns-Laserpulsen nach [11] .....	11
Tabelle 3: Darstellung der Beschichtungsrate in Abhängigkeit vom Sauerstofffluss für Ti(O) <sub>x</sub> .....	27
Tabelle 4: Auflistung der mittels Ellipsometrie ermittelten optischen Konstanten der Einzelschichten, die für die Multischichten Verwendung finden .....	34
Tabelle 5: Herstellparameter der Einzelschichten, die für die Multischichten eingesetzt werden .....	36
Tabelle 6: Multischichtzusammensetzung der zu verwendenden Proben, Ermittlung der Schichtdicken mittels Ellipsometrie auf einem Si-Substrat, welches als Referenz mit beschichtet wurde .....	37
Tabelle 7: Zusammenstellung der Rauigkeitswerte für die beschichteten und unbeschichteten SQ1- und SUP2-Glassubstrate .....	46

---

## Quellenverzeichnis

---

- [1] J. Eichler, H. J. Eichler: Laser – Bauformen, Strahlführung, Anwendungen, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 3. Auflage, 1998  
-ISBN 3-540-63916-0
  
- [2] J. Allen, P. Girow, D. M. Yates, N. Anscomb: Fabrication of laser mirrors using ion beam sputter deposition, SPIE Vol. 2253, 1994
  
- [3] H. K. Pulker: Optical Interference Coatings: Film Deposition Methods, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2003  
-ISBN 3-540-00364-9
  
- [4] L. Gallais, H. Krol, J. Capoulade: Comparative study of IR and UV laser damage resistance of silica thin films deposited by Electron Beam deposition, Ion Plating, Ion Assisted Deposition and Dual Ion Beam Sputtering, Advances in Optical Thin Films II, Proceedings of the SPIE 5963, 2005
  
- [5] L. Gallais, J. Capoulade, F. Wagner: Analysis of material modifications induced during laser damage in SiO<sub>2</sub> thin films
  
- [6] VDI-Technologiezentrum Physikalische Technologien:  
Hochleistungsoptiken für die Lasertechnik  
-ISBN 3-00-002181-7
  
- [7] D. Ristau, T. Groß: Ion Beam Sputter Coatings for Laser Technology, Advances in Optical Thin Films II, Proceedings of the SPIE 5963, 2005  
-ISBN 0-8194-5981-X
  
- [8] A. T. Howe, D. D. Phillips: Use of ion beam sputtering in the fabrication of high quality optical coatings for laser and telecommunication applications, SPIE Vol. 2622, 1995
  
- [9] A. F. Stewart, S. Lu, M. Tehrani, C. Volk: Ion beam sputtering of optical coatings, SPIE Vol. 2114, 1994
  
- [10] CEN: EN ISO 11254-1:2000: Bestimmung der laserinduzierten Zerstörschwelle optischer Oberflächen, 2000

- 
- [11] F.Y. Génin, Ch.J. Stolz: Morphologies of Laser-Induced Damage in Hafnia-Silica Multilayer Mirror and Polarizer Coatings, Preprint for Third International Workshop on Laser Beam and Optic Characterization, 1996
- [12] Ch. J. Stolz, F. Y. Génin: Optical Interference Coatings: Laser Resistant Coatings, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2003  
-ISBN 3-540-00364-9
- [13] H.-Bo He, H.-Y. Hu: Laser-induced damage morphology of high-reflective optical coatings, Applied Surface Science 241, 2005
- [14] M. Varasi, C. Misiano, L. Lasaponara: Deposition of optical thin films by ion beam sputtering, Thin Solid Films 117-3, 1984
- [15] Instruction Manual Quanta-Ray® GCR-3 and GCR-4, Pulsed Nd:YAG Laser, Spectra-Physics
- [16] Betriebsanleitung: Keyence Digitales Mikroskop VHX-100K
- [17] [http://www.ophiropt.com/laser/products/smart\\_heads/thermal\\_heads\\_low\\_power.php](http://www.ophiropt.com/laser/products/smart_heads/thermal_heads_low_power.php)
- [18] VDI-Technologiezentrum Physikalische Technologien: Laserstrahl- und Optikcharakterisierung, Ergebnisse von CHOCLAB I, 2001
- [19] M. Reichling, J. Siegel, E. Matthias: Photoacoustic studies of laser damage in oxide thin films, Thin Solid Films 253, 1994
- [20] H. Krol, L. Gallais, C. Grèzes-Besset: Investigation of nanoprecursors threshold distribution in laser-damage testing, Optics Communications 256, 2005
- [21] U. Willamowski, D. Ristau, T. Groß: Forschungsbericht: Untersuchungen zu ISO-Standardmessverfahren zur Charakterisierung optischer Laserkomponenten, 1998
- [22] E. Hacker, H. Lauth, J. Meyer: Structural influences on the laser damage resistance of optical oxide coatings for use at 1064 nm, Thin Solid Films 192, 1990
- [23] G. Dietrich: Interdisziplinäre Projektarbeit: Glättung von Oberflächenrauheiten durch IBSD, 2007

- 
- [24] R.M. Wood, R.T. Taylor, R.L. Rouse: Laser damage in optical materials at 1.06  $\mu\text{m}$ , Optics and Laser Technology, 1975
- [25] L. Papula: Mathematische Formelsammlung für Ingenieure und Naturwissenschaftler, 8. Auflage, Friedr. Vieweg & Sohn Verlag/GWW Fachverlage GmbH, Wiesbaden, 2003  
-ISBN 3-528-74442-1
- [26] L. Gallais, H. Krol, J.Y. Natoli: Laser damage resistance of silica thin films deposited by Electron Beam Deposition, Ion Assisted Deposition, Reactive Low Voltage Ion Plating and Dual Ion Beam Sputtering, Thin Solid Films 515, 2007
- [27] C.-C. Lee et al.: Influence of oxygen on some oxide films prepared by ion beam sputter deposition, Thin Solid Films 290-291, 1996
- [28] Y. Zhao, Y. Wang, H. Gong: Annealing effects on structure and laser-induced damage threshold of Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/SiO<sub>2</sub> dielectric mirrors
- [29] J. Yao, Z. Fan, Y. Jin: Investigation of damage threshold to TiO<sub>2</sub> coatings at different laser wavelength and pulse duration
- [30] Windt, D.L.: IMD-Software for modelling the optical properties of multilayer films, Computers in Physics, American Institute of Physics, 12(1998)4 S. 360-370