

## Beschichtungen

# Optimierung dielektrischer Schichtsysteme für Hochleistungs-Laseranwendungen

Johannes Graf, Laser Components GmbH, Olching

**Beschichtungen optischer Komponenten unterliegen zunehmenden Anforderungen an die präzise Einhaltung ihrer Spezifikationen sowie an ihre Reproduzierbarkeit und Zuverlässigkeit. Um dem Rechnung zu tragen, können moderne Beschichtungsverfahren wie z.B. das Ionenstrahlzerstäuben (IBS) eingeführt oder vorhandene Produktionsanlagen aufgerüstet werden. Im Folgenden werden verschiedene Techniken mit ihren Vor- und Nachteilen skizziert, außerdem wird am Beispiel einer optischen Breitband-Messtechnik die Bedeutung optimaler Prozesskontrolle demonstriert.**

### 1 Beschichtungsverfahren

#### 1.1 Ionenstrahl-Zerstäuben

Für besonders anspruchsvolle Beschichtungen wurde in den letzten Jahren das Ionenstrahl-Zerstäuben (Ion Beam Sputtering, IBS) eingeführt. Mittels einer Ionenkanone werden in einer Vakuumkammer hochenergetische Edelgasionen<sup>1</sup> unter typisch 45° auf ein Target des Beschichtungsmaterials gerichtet, wodurch Material abgetragen und auf Substraten abgeschieden wird. Häufig kommt eine zweite Ionenquelle zum Einsatz, die mit Sauerstoff betrieben wird und die Oxidation sowie die gewünschte stöchiometrische Zusammensetzung der Schichten sichert.

IBS-Prozesse zeichnen sich durch die hohe kinetische Energie aus, mit der die Teilchen auf die Substratoberfläche treffen und dabei Fehlstellen im Schichtgefüge schließen. So besitzen IBS-Beschichtungen eine äußerst kompakte Schichtstruktur mit nahezu 100% Packungsdichte, eine geringe thermische Drift, haften sehr gut auf dem Substrat, sind langzeitstabil und mechanisch belastbar. Hervorzuheben sind auch die besonders streu-, absorptions- und verlustarmen Oberflächen, wodurch sich hochreflektierende Spiegel mit einer Reflexion  $R > 99,99\%$  oder Spiegel für den tiefen UV-Bereich herstellen lassen. Für viele Anwendungen bilden IBS-Prozesse damit eine hervorragende Wahl. Allerdings unterliegen die Schichtpakete durch ihre kompakte Struktur starken mechanischen Verspannungen. Außerdem erreichen IBS-Prozesse meist nur eine deutlich geringere Aufdampftrate als konventionelle Beschichtungstechniken<sup>2</sup> und erfordern somit höhere Prozessdauern. Für typi-

<sup>1</sup> Der Strom positiv geladener Ionen wird mit Elektronen elektrisch neutralisiert, um Aufladungseffekte des Targets und Defokussierung des Ionenstrahls durch Coulombkräfte zu verhindern. Eine Rekombination der Elektronen mit den Ionen ist aber unerwünscht und wird bestmöglich unterdrückt [1].



**Bild 1:** Bei einer Elektronenstrahl-Verdampfungsquelle erzeugt ein Filament (rechts) einen Elektronenstrahl, der durch Magnetfelder in den mit Beschichtungsmaterial gefüllten Tiegel gelenkt wird

sche Anlagen ist auch die Chargenkapazität nur gering und die Umrüstung auf andere Beschichtungsmaterialien sehr aufwendig. Dies spiegelt sich in relativ hohen Produktions- und Produktkosten wider.

#### 1.2 Elektronenstrahl-Beschichtung

Eine preisgünstigere Alternative bietet die Elektronenstrahl-Beschichtung (E-Beam), die wohl bekannteste und kommerziell am Besten eingeführte Technik. Dabei wird das Beschichtungsmaterial im Vakuum mittels eines Elektronenstrahls verdampft (**Bild 1**). In der Regel sind hierbei Aufdampftraten und Chargenkapazitäten höher als bei Sputterbeschichtungen, was zu niedrigeren Produktionskosten führt. Zusätzlich bietet das E-Beam-Verfahren die einzigartige Flexibilität, durch unterschiedliche Platzierungen der Substrate innerhalb des Rezipienten Beschichtungen für verschiedene Zentralwellenlängen oder Einfallswinkel in einem Produktionsprozess zu fertigen, ohne Einbußen der Schichthomogenität in

<sup>2</sup> Zwar variieren die Herstellerangaben zu unterschiedlichen IBS-Systemen stark, und auch bei konventionellen Beschichtungstechniken werden teils stark unterschiedliche Schichtwachstumsraten verwendet. Aber als Anhaltspunkt liegt zwischen den Aufdampftraten typischer Elektronenstrahl-Beschichtungssysteme und leistungsstarker IBS-Quellen ein Faktor von etwa 2–5. Oftmals wird auch der Faktor 10 berichtet.

Kauf nehmen zu müssen<sup>3</sup>. Auch steht eine große Auswahl an Beschichtungsmaterialien zur Verfügung.

Ein großer Unterschied zu gesputterten Systemen besteht in der Schichtmorphologie. So besitzen E-Beam-Schichten eine Packungsdichte von etwa 90%, die stark von den Beschichtungsparametern abhängt. Diese Porosität besitzt sowohl Vor- als auch Nachteile.

So zeichnen sich Elektronenstrahl-Beschichtungen bei Laserpulsen im Nanosekundenbereich durch eine sehr hohe Zerstörfestigkeit aus, die oftmals der von gesputterten Systemen überlegen ist. Dies bestätigen beispielsweise die Ergebnisse eines Zerstörschwellen-Wettbewerbs, der im Rahmen des SPIE Boulder Damage Symposium 2008 ausgetragen wurde. Hier wurden die ersten vier Plätze von E-Beam- und IAD-Beschichtungen belegt [2]. Die Ursache ist darin zu suchen, dass im Nanosekundenbereich thermisch induzierte Prozesse und Verspannungen eine große Rolle spielen. Diese können von der porösen Struktur

<sup>3</sup> Hauptgründe sind die breite, eher ungerichtete Winkelverteilung des Beschichtungsmaterials und der meist große Abstand zwischen Quelle und Substrat. Zusätzlich lassen sich bei E-Beam sehr gut Blenden einsetzen, was z.B. bei Sputterbeschichtungen problematisch sein kann (Absputtern der Blenden).

## Beschichtungen

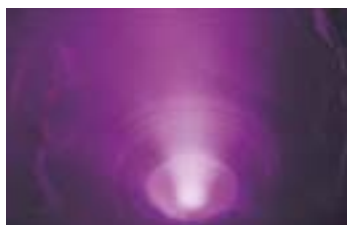
der E-Beam-Schichten deutlich besser aufgenommen und kompensiert werden, als von hochkompakt gesputterten Schichten. Beim Übergang zu Pico- und Femtosekundenpulsen findet allerdings eine Änderung des Zerstörmechanismus hin zur Multiphotonenabsorption statt [3]. Der Einfluss der Beschichtungstechnologie auf die Zerstörschwelle scheint bei derart kurzen Pulsen nicht allzu stark ausgeprägt zu sein [4].

Auf der anderen Seite sind E-Beam-Schichten anfällig gegenüber Temperaturänderungen (thermische Drift) und Umwelteinflüssen, insbesondere da sich Feuchtigkeit aus der Umgebungsluft in den Poren der Schichten ansammelt und dadurch die optischen Eigenschaften verändern kann.

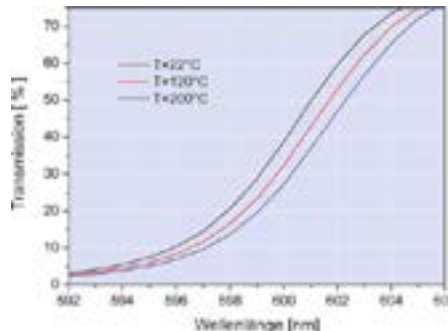
Wenn dies auch bei einer Vielzahl an Beschichtungen kaum zu bemerken ist, kann bei besonders empfindlichen Designs oder kritischen Anwendungen die Zuverlässigkeit deutlich reduziert werden.

### 1.3 IAD-Beschichtung

Eine Möglichkeit, die Vorteile der Elektronenstrahl-Beschichtung zu nutzen und gleichzeitig die Nachteile der porösen Schichtstruktur zu vermeiden, besteht darin, vorhandene Beschichtungsanlagen mit einer leistungsfähigen Ionenquelle nachzurüsten (**Bild 2**). Dabei werden mittels Elektronenstrahl-Beschichtung kondensierte Schichten im laufenden Prozess mit einem Strom niederenergetischer Ionen im Energiebereich von 20–300 eV bestrahlt. Man spricht hier von ionengetriebener Abscheidung (Ion-Assisted Deposition, IAD). Durch den zusätzlichen Impulsübertrag gewinnen die Partikel während der Abscheidung auf der Schichtoberfläche eine erhöhte Beweglichkeit, wodurch ähnlich wie beim IBS-Verfahren energetisch günstigere Positionen besetzt werden können. Man erhält ein kompakteres Schichtgefüge, und auch die Oberflächenrauigkeit wird um bis zu 50% gegenüber der Elektronenstrahl-Beschichtung gesenkt. Als



**Bild 2: Mittels ECR (Elektron-Zyklotron-Resonanz) angeregte Ionenquelle zur ionenunterstützten Beschichtung**



**Bild 3: Die an einem Filter mit IAD-Schichten aus Tantalpentoxid und Siliziumdioxid gemessene geringe Temperaturdrift lässt auf ein kompaktes Schichtgefüge schließen**

zusätzlicher Vorteil kann die Prozesstemperatur deutlich reduziert werden, was auch die Beschichtung temperaturempfindlicher Substrate wie z.B. Kunststoffoptiken oder ummantelter Glasfasern ermöglicht.

Es ist eine Vielzahl an Ionenquellen mit teilweise stark unterschiedlichen Funktionsweisen und Charakteristika am Markt verfügbar [5,6]. Durch Wahl des Quellentyps und der Prozessparameter kann der Grad der Ionenunterstützung an unterschiedlichste Beschichtungsanforderungen angepasst werden.

Durch sorgfältige Optimierung der Prozessparameter lassen sich IAD-Schichten erzeugen, die in ihrer Kompaktheit, Langzeitstabilität und geringen thermischen Drift IBS-Schichten in Nichts nachstehen. Dies wird in **Bild 3** anhand eines Filters aus Tantalpentoxid und Siliziumdioxid verdeutlicht.

Allgemein spielen bei der dort dargestellten Temperaturabhängigkeit der optischen Schichteigenschaften drei Mechanismen eine Rolle. Zum einen wird Wasser, das sich aus der Umgebungsluft in evtl. noch vorhandenen Poren der Schichtstruktur angesammelt hat, bei einer Temperaturerhöhung zunehmend ausgetrieben. Dadurch verringert sich der effektive Brechungsindex, wodurch sich die Bandkante des Filters deutlich zu kürzeren Wellenlängen hin verschiebt – also ein negativer Beitrag zum Temperaturgradienten, im Gegensatz zu Bild 3. Typische Drift-Werte bei der Erwärmung von E-Beam-Schichten von Raumtemperatur (22°C) auf 100°C liegen im sichtbaren Bereich bei 10–15 nm. Hinzu kommen die intrinsischen Effekte der thermischen

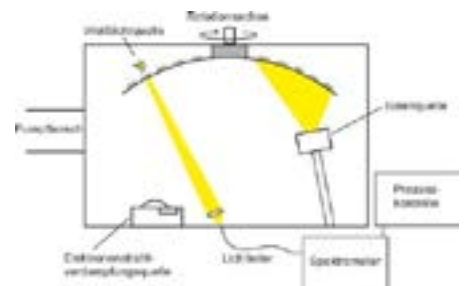
Schichtausdehnung und der Temperaturabhängigkeit der Brechungsindizes der Beschichtungsmaterialien, die beide einen positiven Beitrag leisten. Für das in Bild 3 dargestellte System ergibt eine Abschätzung der intrinsischen Effekte einen sehr geringen positiven Temperaturgradienten von etwa 0,9 nm pro 100°C zu größeren Wellenlängen hin. Dieses Ergebnis stimmt gut mit den experimentellen Daten überein, so dass von nahezu komplett wasserfreien Schichten und einer verschwindenden Restporosität ausgegangen werden kann. Die Wasserfreiheit bestätigt sich zusätzlich durch eine hohe Transmission bei Wellenlängen um 2,9 µm, einer Absorptionsbande von Wasser.

## 2 Breitbandige Online-Schichtdickenbestimmung

Um das Potential von IBS- und IAD-Verfahren für komplexe Beschichtungen voll auszuschöpfen, wird eine leistungsfähige Prozesskontrolle benötigt, möglichst mit einer breitbandigen Schichtdickenmessung wie in **Bild 4**.

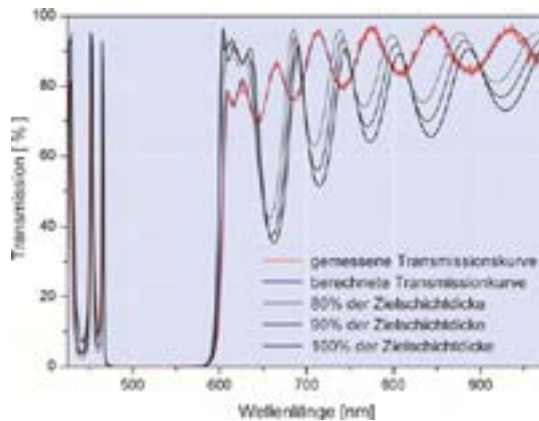
Im Gegensatz zur weit verbreiteten Schwingquarzmessung wird nicht die physikalische sondern die optische Schichtdicke erfasst, d.h. das Produkt aus Schichtdicke und Brechungsindex – und damit unmittelbar das relevante optische Verhalten. Durch Messung direkt an einem Substrat innerhalb der Substrathalterkalotte statt an einem Mittenstestglas wird eine höhere Fertigungspräzision erreicht.

Entscheidend ist aber die Tatsache, dass hier entgegen der herkömmlichen monochromatischen Messung das komplette sichtbare Spektrum zur optischen Schichtdickenkontrolle verwendet wird (**Bild 5**), wodurch die Prozessüberwachung und die Genauigkeit der Beschichtung weiter verbessert werden. Das Licht einer Weißlichtquelle wird von dem zu vermessenden Substrat

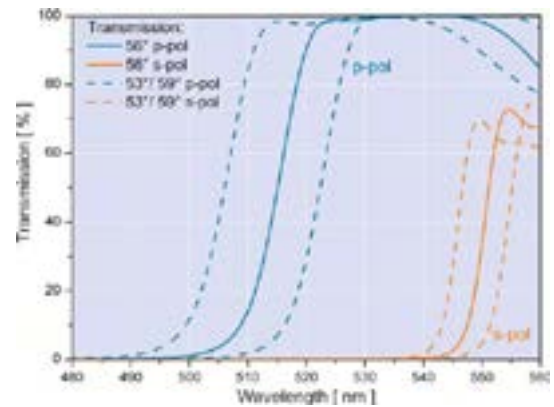


**Bild 4: Optische Breitband-Schichtdickenkontrolle am Beispiel eines IAD-Beschichtungsprozesses**

## Beschichtungen



**Bild 5: Typisches Breitbandmonitoring einer Beschichtung. Nach jeder Transmissionsmessung wird der theoretische Verlauf angenähert und daraus die momentane Schichtdicke ermittelt**

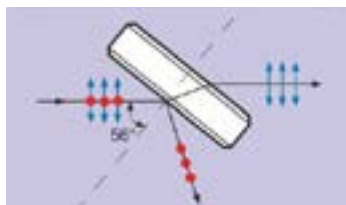


**Bild 7: Gemessenes Transmissionsspektrum eines breitbandigen Dünnschichtpolarisators (TFPB)**

transmittiert, am Boden der Vakuumkammer in einen Lichtwellenleiter eingekoppelt und einem Spektrometer zugeführt, welches den kompletten Wellenlängenbereich vom UV bis zum nahen IR erfasst.

Die häufig in der optischen Dünnschichttechnik anzutreffende rein monochromatische Schichtdickenmessung bei nur einer Wellenlänge  $\lambda$  beschränkt die kontrolliert herstellbaren Schichtsysteme auf Schichten mit optischen Dicken von einem Viertel dieser Referenzwellenlänge oder Vielfachen davon. Man spricht hier von  $\lambda/4$ -Systemen.

Bei der breitbandigen Schichtdickenkontrolle wird die Messung dagegen auf einen ausgedehnten Spektralbereich erweitert. Anders ausgedrückt: die Anzahl der gleichzeitig gemessenen Referenzwellenlängen ist lediglich durch die Auflösung des Spektrometers begrenzt. Dabei sind über 1000 Messpunkte keine Seltenheit. Dies führt zu einer Vielzahl neu umsetzbarer Schichtdesigns und einer deutlich verbesserten Fertigungskontrolle, Abweichungen vom gewünschten optischen Verhalten können bereits im Herstellungsprozess kompensiert werden.



**Bild 6: Ein Dünnschichtpolarisator (TFP) wird unter dem Brewsterwinkel von ca. 56° eingesetzt. Der p-polarisierte Anteil wird transmittiert, der s-polarisierte Anteil reflektiert und um 112° abgelenkt**

### 3 Neue Dünnschichtsysteme

Durch die Kombination von hochwertiger Fertigungstechnik und Prozesskontrolle kann die Palette herstellbarer Produkte um anspruchsvolle dielektrische Systeme erweitert werden. Als Beispiele seien hier nichtpolarisierende Strahlteiler [7,8,9] oder Spiegel mit negativer Gruppengeschwindigkeitsdispersion (Chirped mirrors) [10,11] genannt, die in der Femtonik (fs-Photonik) zur Kompensation der Pulsverbreiterung eingesetzt werden.

Außerdem lassen sich die Spezifikationen bestehender Produkte optimieren, wie z.B. Dünnschichtpolarisatoren (Thin Film Polarizer, TFP), die sich durch ihre große Zerstörfestigkeit besonders zur Polarisations-trennung bei HochleistungsLasern eignen (siehe **Bild 6**). Ein solcher TFP konnte zum Breitbandpolarisator TFPB weiterentwickelt werden, dessen Charakteristik im Fall der Zentralwellenlänge 532 nm in **Bild 7** dargestellt ist. Er zeichnet sich nicht nur durch eine hohe Transmission der p-Komponente  $>98\%$  aus, sondern er erfüllt diese Spezifikationen auch noch über einen weiten Winkelbereich von  $(56 \pm 3)^\circ$ , wodurch die Justage deutlich vereinfacht wird.

### 4 Zusammenfassung

Während das IBS-Verfahren einen hohen Standard bei der Schichtenqualität setzt, bieten optimierte IAD-Prozesse eine kostengünstige Alternative. Die Eigenschaften so gefertigter Schichten sind gut mit gesputterten Systemen vergleichbar. Ihr volles Potential entfalten beide Verfahren allerdings erst mit einer leistungsstarken Prozesskontrolle wie dem optischen Breitbandmonitoring.

### Literaturhinweise:

- [1] F.R. Flory, *Thin Films for Optical Systems*, Marcel Dekker (1995), Kapitel 6
- [2] G.J. Exarhos, D. Ristau, M.J. Soileau, C.J. Stolz (Eds.), *Laser-Induced Damage in Optical Materials*, 2008, Proc. SPIE, Vol. 7132
- [3] M. Jupe, L. Jensen, A. Melninkaitis, V. Sirutkaitis, D. Ristau, *Calculations and experimental demonstration of multi-photon absorption governing fs laser-induced damage in titania*, Opt. Exp. 17, 12269 (2009)
- [4] A. Melninkaitis, *Optical resistance of dielectric coatings to multi-pulse femtosecond laser radiation*, Doktorarbeit, Universität Vilnius (2009)
- [5] W. Schwärzler, U. Frick, R. Marx, *RF-Plasmaunterstütztes Aufdampfen im Vergleich zu anderen Beschichtungsverfahren*, Photonik 5/2006
- [6] B.H. Wolf (Hrsg.), *Handbook of Ion Sources*, Crc Pr (1995)
- [7] A. Thelen, *Nonpolarizing interference films inside a glass cube*, Appl. Opt. 15, 2983 (1976)
- [8] C.M. Sterke, C.J. van der Laan, H.J. Frankena, *Nonpolarizing beam splitter design*, Appl. Opt. 22, 4 (1983)
- [9] V. Scheuer, K. Gürtler, *Nichtpolarisierende Dünnschicht-Strahlteiler mit definierter Phasenverzögerung*, Photonik 4/2008
- [10] R. Szpöcs, K. Ferencz, Ch. Spielmann, F. Krausz, *Chirped multilayer coatings for broadband dispersion control in femtosecond lasers*, Opt. Lett. 19, 201 (1994)
- [11] G. Tempea, *Dispersive Mehrschichtspiegel für Femtosekundenlaser*, Photonik 6/2005

### Ansprechpartner:

Dr. Johannes Graf  
Entwicklung  
Laseroptik, Dünnschicht-  
technologie  
Laser Components GmbH  
Werner-von-Siemens-Str. 15  
D-82140 Olching  
Tel. 08142/2864-89  
Fax 08142/2864-11  
eMail: j.graf@lasercomponents.com  
Internet: www.lasercomponents.com



www.photonik.de ▶ Webcode 5003