

Standardisierbare Verfahren zur präzisen Charakterisierung des Absorptions-, Reflexions- und Transmissionsgrads optischer Komponenten

Vom Fachbereich Physik
der Universität Hannover

zur Erlangung des Grades

Doktor der Naturwissenschaften

-Dr. rer. nat.-

genehmigte Dissertation

von

Dipl.-Phys. Uwe Willamowski
geboren am 10. Januar 1967 in Lehrte

1998

Referent: Prof. Dr. H. Welling

Korreferent: Prof. Dr. K. Danzmann

Tag der Promotion: 26. November 1998

Abstract

Uwe Willamowski

Standardisation-suited Methods for the Precise Characterisation of Absorptance, Reflectance and Transmittance of Optical Components

Keywords: *Standardisation, Absorptance, Reflectance, Transmittance, Optical Characterisation*

Absorptance, reflectance and transmittance constitute an essential set of parameters, which can be tested with methods described in the International Standard ISO 11551 and the Working Draft ISO/DIS 13697. The acceptance and application of such Standards in science and industry depends on the practicability and reliability of the test methods, which shall be investigated within this work.

Concerning qualification of the test methods, sensitivity and accuracy represent the main aspects to be analysed. For this purpose, theoretical models are being developed, which can describe the physical interactions relevant for understanding the response signals resulting from a measurement. With these models, the influence of diverse disturbances and distortions can be examined, with the aim to minimise the corresponding measurement errors.

Modifications of the experimental set-up which can increase the sensitivity and accuracy of absorptance tests considerably, are presented. Based on the theoretical models of temperature dynamics, data reduction techniques are developed, which allow determination of the correct absorptance values from calorimetric data, under consideration of thermal conductance processes. Furthermore, these evaluation techniques allow for the detection of signal distortions and an estimation of the reliability. The experimental and theoretical improvements are applied and successfully tested for laser calorimeters at the wavelengths 532 nm, 1064 μm and 10.6 μm . For the first time, a laser calorimeter for absorptance and transmittance tests with sub-ppm sensitivity is demonstrated. With these results, an important contribution to the evaluation of ISO 11551 and the initiation of its revision is made.

Contrary to ISO 11551, examination of the working draft for the reflectance and transmittance test methods shows theoretical and technical deficits of a more fundamental kind. The practical application of the methods at the wavelengths 1064 nm and 10.6 μm supplies evidence for significant limitations of the absolute accuracy. Therefore, the test method described in ISO/WD 13697 does not seem fit for publication as an International Standard in its present version. For this reason, alternative approaches are developed, which allow a reduction of systematic errors, as for example the negative influences of asymmetric beam propagation. The necessity for a more extended, fundamental analysis of these new concepts, which can be based on the work presented here, is demonstrated.

Abstract

Uwe Willamowski

Standardisierbare Verfahren zur präzisen Charakterisierung des Absorptions-, Reflexions- und Transmissionsgrads optischer Komponenten

Keywords: *Standardisierung, Absorptionsgrad, Reflexionsgrad, Transmissionsgrad, Optikcharakterisierung*

Bei der Charakterisierung hochwertiger Laseroptiken bilden der Absorptions-, Reflexions- und Transmissionsgrad den entscheidenden Satz von Parametern, für deren Bestimmung in der Norm ISO 11551 und dem Normentwurf ISO/WD 13697 Meßvorschriften bereitgestellt werden. Die wesentliche Voraussetzung für die Akzeptanz und Umsetzung solcher Normen in Wissenschaft und Wirtschaft ist die Überprüfung der Praktikabilität und Zuverlässigkeit der Meßverfahren, die im Rahmen der vorliegenden Arbeit durchgeführt wird.

Zur Bewertung der Verfahren sind als zentrale Aspekte die Meßempfindlichkeit und Meßgenauigkeit zu analysieren. Dazu werden theoretische Modelle entwickelt, mit denen die für das Verständnis der Meßsignale relevanten Wirkprinzipien beschrieben werden können. Anhand dieser Modelle werden die Einflüsse unterschiedlicher Meßstörungen untersucht und Ansätze erarbeitet, die aus diesen Meßfehlern resultierenden Fehlereinträge zu minimieren.

Es werden apparative Modifikationen aufgezeigt, mit denen die Empfindlichkeit und Genauigkeit des Verfahrens zur Bestimmung des Absorptionsgrads erheblich verbessert werden können. Aus den theoretischen Modellen der Temperaturdynamik werden Datenreduktionsmethoden entwickelt, welche auch unter Berücksichtigung von Wärmeleitphänomenen den korrekten Absorptionsgrad aus kalorimetrischen Daten ermitteln können. Darüber hinaus wird mit diesen Auswerteverfahren auch die Detektion etwaiger Signalstörungen und eine Abschätzung über die Zuverlässigkeit einer Messung ermöglicht. Die apparativen und analytischen Verbesserungen können konkret an Laserkalorimetern für die Wellenlängen 532 nm, 1064 nm und 10.6 μm mit gutem Erfolg umgesetzt werden. Dabei gelingt es erstmals, mittels laserkalorimetrischer Methoden Nachweisgrenzen im Sub-ppm-Bereich sicher zu realisieren. Insgesamt leisten die theoretischen und experimentellen Arbeiten einen entscheidenden Beitrag zur Evaluierung der Norm ISO 11551, der im Ergebnis die Aufnahme eines Revisionsverfahrens angestoßen hat.

Im Gegensatz zur Norm ISO 11551 sind für den Normentwurf zur Reflexions- und Transmissionsgradmessung theoretische und experimentelle Defizite nachweisbar, welche von eher grundlegendem Charakter sind. Die praktische Umsetzung des Verfahrens bei 1064 nm und 10.6 μm belegt die theoretisch vermuteten Unzulänglichkeiten insbesondere hinsichtlich der eingeschränkten Absolutgenauigkeit. Die Normreife von ISO/WD 13697 kann somit nicht belegt werden. Aus diesem Grund werden alternative Ansätze erarbeitet, mit denen systematische Fehler, welche z.B. auf asymmetrischen Strahlführungskonzepten beruhen, reduziert werden könnten. Es zeigt sich die Notwendigkeit, weitere, grundlegende Untersuchungen zu diesen neuen Konzepten durchzuführen, für die mit der vorliegenden Arbeit ein wichtiger Grundstein gelegt wird.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Bestimmung des Absorptionsgrads	4
2.1	Begriffsbestimmung	5
2.2	Indirekte photothermische Verfahren	6
2.3	Laserkalorimetrisches Verfahren nach ISO 11551	8
2.4	Praktikabilität von ISO 11551	10
2.4.1	FIR- und MIR-Messungen	10
2.4.2	NIR- und VIS-Messungen	12
2.4.3	UV-Messungen	18
2.4.4	Zusammenfassung	18
2.5	Analyse kalorimetrischer Daten	20
2.5.1	Einführung	20
2.5.2	Theorie der Probenerwärmung	21
2.5.3	Ableitung von Auswerteverfahren	28
2.5.4	Berücksichtigung von Wärmeleitungseffekten	33
2.6	Optimierung des Meßverfahrens	41
2.6.1	Empfindlichkeit	41
2.6.2	Temperaturdrift	43
2.6.3	Störungen durch Streulicht	44
2.6.4	Probenhalterung	47
2.6.5	Kalibrierungsmessungen	48
2.7	Beispiele hochempfindlicher Laserkalorimetrie	49
2.7.1	Polarisationsabhängige Absorptionsgradmessungen an KTP	50
2.7.2	Unterscheidung von Oberflächen- und Bulkabsorption	53
2.7.3	Alternative laserkalorimetrische Meßkonzepte	54

2.8	Zusammenfassung	55
3	Bestimmung der Reflektivität und Transmissivität	57
3.1	Einführung	57
3.2	Das Meßverfahren nach ISO/WD 13697	59
3.2.1	Meßanordnung und -durchführung	59
3.2.2	Signalanalyse	61
3.2.3	Leistungsreferenzmessung durch zweite Signalmodulation	63
3.3	Strahlführungskonzepte	65
3.3.1	Strahlanordnung des Normenentwurfs	65
3.3.2	Transmissivitätsmessungen	66
3.3.3	Reflektometervariante mit akusto-optischer Strahlmodulation	67
3.3.4	Strahlanordnung angeglicher Propagationslängen	67
3.3.5	Kombinationskonzept	69
3.3.6	Konzept der direkten Messung	71
3.3.7	Ortsaufgelöste Messungen	73
3.3.8	Winkelaufgelöste Reflexionsmessungen	74
3.4	Abschätzung von Fehlereinträgen	78
3.4.1	Laserstrahl	78
3.4.2	Strahlmodulation	79
3.4.3	Fehlerquelle Signaldetektion und -analyse	85
3.5	Apparative Umsetzung	87
3.5.1	Reflektometer bei $1,06\ \mu\text{m}$ und $10,6\ \mu\text{m}$	87
3.5.2	Laserkalorimetrische Transmissionsgradmessungen	89
3.6	Diskussion der Meßkonzepte	90
3.7	Schlußfolgerungen	92
4	Komplementäre Reflektivitäts- und Verlustmessungen	93
5	Fazit	98
A	Anhang	101
A.1	Verwendete Abkürzungen, Symbole und Begriffe	101
A.2	Statistische Begriffe gemäß E 691	103
A.3	Streuverlustmessungen	104

A.4 Kalorimetersoftware	105
Literaturverzeichnis	107
Tabellenverzeichnis	116

Kapitel 1

Einleitung

Es sind noch keine vierzig Jahre vergangen, seitdem das physikalische Prinzip der kohärent stimulierten Photonenemission erstmals in einem Laser umgesetzt wurde und der Grundstein gelegt wurde für eine Technologie, die heute mit Umsätzen in vielfacher Milliardenhöhe zu einem enormen Wirtschaftsfaktor geworden ist.

Während die explosionsartige Ausbreitung der Lasertechnik anhält, stellen sich laufend neue Forderungen an die Forscher und Entwickler. Ob es sich um die Erschließung immer kürzerer Wellenlängen (UV- und Röntgenlaser), die Verwendung immer kürzerer Wechselwirkungszeiten (Femtosekundenlaser) oder den Einsatz neuer Laserkonzepte (Laserdioden, Faserlaser) handelt: In allen Fällen ist die Bereitstellung geeigneter Lasersystemelemente als eine Schlüsselfrage zu begreifen. Neue Laserkomponenten müssen entwickelt und hinsichtlich ihrer relevanten Eigenschaften optimiert werden. Mit den ständig steigenden Laserleistungen wachsen auch die Ansprüche an die Qualität der Laseroptiken, die vorrangig durch die Leistungsverträglichkeit, die Reflexions- und Transmissionseigenschaften und das Maß der optischen Verluste beschreibbar ist. Verfahren zur präzisen Charakterisierung dieser Eigenschaften sind folglich unverzichtbar [42, 88, 72, 40].

Die Bedeutung von solchen Charakterisierungsverfahren beschränkt sich allerdings nicht auf den Bereich der Forschung und Entwicklung, sondern erstreckt sich auch auf die wirtschaftliche Umsetzung von Laserkonzepten: In Zeiten des „Quality Management“ sind zuverlässige Testverfahren zur Qualitätskontrolle auch bei der industriellen Fertigung von Laserelementen unabdingbar für die Durchsetzungsfähigkeit am Markt. Um die Produktqualität zweier Hersteller vergleichen zu können, müssen die eingesetzten Charakterisierungstechniken darüber hinaus transparent, einheitlich und reproduzierbar sein. In den Gremien der internationalen Organisation für Standardisierung (ISO) werden vor diesem Hintergrund derzeit erhebliche Anstrengungen unternommen, standardisierte Meßmethoden zur Charakterisierung der relevanten Eigenschaften von Laserkomponenten verfügbar zu machen.

Drei elementare Eigenschaften optischer Komponenten, welche von fundamentaler Bedeutung bei der Qualifizierung für den Einsatz in Lasersystemen sind, müssen hier vorrangig betrachtet werden: der Absorptions-, der Reflexions- und der Transmissionsgrad. Alle drei Größen müssen mit höchster Präzision und Empfindlichkeit ermittelt werden, um zuverlässige Anhaltspunkte für notwendige Optimierungen zu liefern. Zur Bestimmung des Absorptionsgrads wurde 1997 die internationale Norm ISO 11551 veröffentlicht, und ein weiterer

Normenentwurf liegt vor, der sich mit der präzisen Charakterisierung der Reflektivität und Transmissivität befaßt (ISO/WD 13697).

Der Erfolg dieser Teststandards bemißt sich an der Akzeptanz und dem Umsetzungsgrad sowohl im wissenschaftlichen, als auch im industriellen Umfeld. Die daraus erwachsende Schwierigkeit liegt auf der Hand: Die standardisierten Charakterisierungsmethoden müssen einerseits dem aktuellen wissenschaftlichem Stand entsprechen, was gerade unter Berücksichtigung der erheblichen Entwicklungsdynamik und Bandbreite der Lasertechnologie eine hohe Flexibilität und Vielseitigkeit der Standards voraussetzt. Andererseits muß für eine breite Umsetzung der Verfahren der apparative und prozessuale Aufwand in einem überschaubaren Rahmen bleiben.

Bei der konkreten Ausgestaltung der beiden Normverfahren standen aufgrund ihrer herausragenden wirtschaftlichen Bedeutung vorrangig Hochleistungslaserkomponenten (vor allem CO₂-Optiken) im Mittelpunkt der technischen Erwägungen. Mit dem Fortschreiten laser-technischer Entwicklungen rücken allerdings zunehmend neue Laserkonzepte und damit auch neue optische Komponenten in den Mittelpunkt wissenschaftlichen und wirtschaftlichen Interesses. Inzwischen zeigt sich, daß Testverfahren, die für die Untersuchung der bisher relevanten Optikelemente gut geeignet gewesen sind, bei der Charakterisierung moderner Laserkomponenten mit veränderten mechanischen und optischen Eigenschaften den gesteigerten Anforderungen nicht gerecht werden. Die zentralen Fragen, die vor diesem Hintergrund zu stellen sind, lauten daher:

Wie ist die Praktikabilität dieser Standardtestverfahren bei der Charakterisierung aktueller und zukünftiger laseroptischer Komponenten einzuschätzen ?

Wie hoch ist die dabei erreichbare Genauigkeit, Empfindlichkeit und Reproduzierbarkeit zu veranschlagen ?

Welche Verbesserungen sind hinsichtlich eventuell erkennbarer Defizite notwendig ?

Wie können diese Verbesserungen durch geeignete Modifikationen oder alternative Ansätze erzielt werden ?

Diese Fragestellungen sollen im folgenden detailliert untersucht werden. Dazu werden die Normen bzw. Normentwürfe in ihrer derzeitigen Fassung dargestellt und erläutert, und der Grad der Umsetzung auf relevante Laserwellenlängen wird dokumentiert. Auch Ergebnisse von Round-Robin-Experimenten, die im Verbund mit anderen Laboren durchgeführt wurden, werden herangezogen, um Anhaltspunkte über die Praktikabilität der Normverfahren zu gewinnen. Zur Abschätzung der Präzision der Verfahren soll eine ausführliche Diskussion der unterschiedlichen möglichen Fehlerquellen erfolgen, bei der sowohl die zugrunde liegenden physikalischen Wirkprinzipien, als auch die Gesichtspunkte der technischen Ausgestaltung berücksichtigt werden.

Um Schwachpunkte der Meßverfahren herauszuarbeiten und konzeptionelle Verbesserungsansätze entwickeln zu können, sollen theoretische Modelle erarbeitet werden, mit denen der Zusammenhang zwischen den zu bestimmenden Größen (Reflexions-, Absorptions- bzw. Transmissionsgrad) und den konkret meßbaren Ausgangsignalen im Detail studiert werden

kann. Mit diesen Modellen sollen die Auswirkungen möglicher Störphänomene auf die simulierten Meßergebnisse untersucht werden.

Ergänzend zu diesen theoretischen Arbeiten sollen die Modellrechnungen praktisch geprüft werden und konzeptionelle und technische Verbesserungen sollen in Apparaturen, die auf den Meßkonzepten der Normvorschriften basieren, konkret umgesetzt werden.

Eine wichtiger Prüfstein für die Zuverlässigkeit von Verfahren, welche den Reflexionsgrad R , den Transmissionsgrad T und den Absorptionsgrad A ermitteln, ist (unter zusätzlicher Berücksichtigung von Streuverlusten S) die Identität

$$1 = S + T + A + R$$

welche sich aus der Forderung der Energieerhaltung ableitet. An einem Satz von Laserspiegeln sollen exemplarisch die optischen Eigenschaften gemessen und gegenübergestellt werden. Damit soll geprüft werden, inwieweit die obige Gleichung erfüllt wird, beziehungsweise in welchem Maß Abweichungen auf Fehler bei der absoluten Bestimmung der einzelnen Größen hinweisen.

Fußend auf den theoretischen Erörterungen und den experimentellen Untersuchungen soll schließlich die Bewertung der diskutierten Standardverfahren erfolgen, und eine Antwort auf die oben genannten Fragestellungen nach der Präzision und Praktikabilität soll abgeleitet werden. Soweit notwendig, sollen sinnvolle Modifikationen der Meßkonzepte vorgeschlagen werden, mit denen die Verfügbarkeit zuverlässiger *und* standardisierter Verfahren für die exakte Charakterisierung optischer Laserkomponenten gewährleistet werden kann.

Kapitel 2

Bestimmung des Absorptionsgrads

Die Absorption von Strahlung in Laserkomponenten ist ein Prozeß, der eine Reihe von Beeinträchtigungen mit sich bringen kann. Der Verlust der absorbierten Strahlung für die eigentliche Anwendung ist dabei (außer bei Intra-Cavity-Anwendungen) noch eher ein nebensächlicher Nachteil. Durch die absorptive Probenerwärmung können allerdings Effekte auftreten, deren Auswirkungen wesentlich erheblicher sind. Zum Beispiel kann sich eine dem induzierten Temperaturprofil folgende Änderung des Brechungsindizes einstellen, welche die Abbildungseigenschaften der Komponente verändert. Dies kann den Reflexions- und Transmissionsgrad beeinflussen und eine Deformation der Phasenfronten einfallender Laserstrahlen bewirken, welche die Strahleigenschaften verschlechtert [12, 89]. Insbesondere bei der Verwendung in Hochleistungslasersystemen kann die Absorption von Strahlung auch eine irreversible Degradation oder gar Zerstörung der Laseroptiken verursachen [103, 23].

Aus der Problemstellung, Laserkomponenten mit minimal möglichen Absorptionsverlusten zu verwirklichen, leitete sich die Notwendigkeit nach präzisen und empfindlichen Verfahren zur Charakterisierung der Absorptionseigenschaften ab. Seit den siebziger Jahren wird hierzu die Kalorimetrie, d.h. die direkte Messung absorptiver Wärmeaufnahme durch die Messung des Temperaturanstiegs, erfolgreich als Untersuchungstechnik eingesetzt [66, 39, 62, 86, 64]. In den achtziger Jahren kamen weitere, indirekte Meßverfahren hinzu, wie etwa die photothermische Deflektionstechnik und die Photoakustik.

Nach einer kurzen Bestimmung der für die Charakterisierung des Absorptionsverhaltens relevanten Begriffe sollen im folgenden die prominentesten Untersuchungsmethoden kurz erläutert und hinsichtlich ihrer Eignung als Standardverfahren verglichen werden. Die Anwendung der seit 1997 gültigen internationalen Meßnorm ISO 11551 bei der Absorptionscharakterisierung von Laseroptiken soll am Beispiel einiger wichtiger Laserwellenlängen dargestellt werden. Dabei ist es das Ziel, die Praktikabilität der Meßmethode zu evaluieren und (ggf. spektralspezifische) Unzulänglichkeiten herauszuarbeiten.

Basierend auf einer grundlegenden theoretischen Analyse der thermodynamischen Prozesse während einer Absorptionsmessung, sollen die aufgezeigten methodischen Schwierigkeiten eingeordnet und bewertet werden. Daraus sollen Ansätze zur Optimierung des Meßverfahrens abgeleitet werden.

2.1 Begriffsbestimmung

Vor einer detaillierten Erörterung der Verfahren zur Analyse der Absorptionseigenschaften sollen zunächst einige wichtige Begriffe geklärt werden, insbesondere in Abgrenzung zu Größen, die ebenfalls die Absorptionseigenschaften charakterisieren.

Die Meßgröße Absorptionsgrad (engl: absorptance) ist definiert als das Verhältnis von absorbiertes (d.h.: nicht reflektierter, transmittierter oder gestreuter) Leistung zur einfallenden Leistung. Dies bedeutet, daß prinzipiell auch nichtthermische Absorptionsverluste (etwa Fluoreszenz, chemische Umwandlungsprozesse) zu berücksichtigen sind. Abweichend von dieser Definition soll vereinbart werden, daß für die Absorptionsgradbestimmung lediglich die in Wärme umgesetzte Energie berechnet werden soll, da alle relevanten Charakterisierungsverfahren ohnehin auf die Erfassung der Probenerwärmung beschränkt sind.

Der Absorptionsgrad der Probe ist ein integraler Wert, bei dem die einzelnen Beiträge der Oberflächen, der eventuell vorhandenen Beschichtungen und der Substratvolumina zur Gesamtabsorption nicht differenziert werden [51]. Der Zusammenhang zwischen den Absorptionseigenschaften dielektrischer Schichtsysteme und dem Absorptionsgrad einer Optik ist nicht Gegenstand der Meßnorm und wird an anderer Stelle behandelt [15]. Der ermittelte Absorptionsgrad ist abhängig von der Richtung der einfallenden Strahlung. Die im folgenden dargestellten Untersuchungen beschränken sich allerdings auf den wichtigen Fall nahezu senkrechter Einstrahlungswinkel.

Im Gegensatz zum Absorptionsgrad (Formelzeichen α) bezieht sich die Absorptivität a auf den pro Längeneinheit in einem Medium absorbierten Strahlleistungsanteil, so daß sie mit der Einheit cm^{-1} angegeben wird. Bei einer homogenen Absorptivität und der Vernachlässigung von Oberflächenabsorptionen gilt für den Zusammenhang zwischen beiden Größen

$$\alpha = 1 - e^{-aL}$$

wenn L die Länge des Wegs bezeichnet, auf welchem das Licht durch das Medium läuft. Für geringe Absorptionsgrade ist $\alpha \approx aL$ eine gute Näherung.

Schließlich soll als dritte gebräuchliche Größe der Extinktionskoeffizient k Erwähnung finden, welcher in den komplexen Brechungsindex $\tilde{n} = n + ik$ eingeht und mit der Absorptivität durch folgende Gleichung verknüpft ist:

$$k = \frac{\lambda}{4\pi} a.$$

Mit dem Begriff *Absorption* soll im folgenden lediglich der eigentliche Absorptionsprozeß, nicht aber dessen quantitatives Ausmaß bezeichnet werden. Wie der Begriff *Kalorimetrie* bereits verrät, handelt es sich bei kalorimetrischen Untersuchungen allgemein um die Messung von Wärme, bei kalorimetrischen Absorptionsmessungen konkret um jene absorbierte Energiemenge, welche in Wärme umgesetzt wurde. Zur Abgrenzung von anderen photothermischen Methoden soll jedoch vereinbart werden, daß die Verwendung des Begriffs *Laserkalorimetrie* (LC) auf solche Verfahren eingeschränkt werden soll, die zur Charakterisierung einer absorptiven Erwärmung die Probentemperatur direkt messen.

Zunächst sollen die wichtigsten indirekten Charakterisierungstechniken vorgestellt werden.

2.2 Indirekte photothermische Verfahren

Neben der „klassischen“ Laserkalorimetrie sind seit den achtziger Jahren *photothermische Deflektionsverfahren* (PTD) als die bedeutendsten Methoden zur Charakterisierung der Absorptionseigenschaften von Laserkomponenten zu nennen. Bei diesen Charakterisierungskonzepten werden i.d.R. zwei Laser verwendet, wobei der eine Laserstrahl (der sogenannte „pump beam“ bzw. Pumpstrahl) die absorptive Aufheizung bewirkt, während der zweite Laserstrahl (der sogenannte „probe beam“ bzw. Sondenstrahl) zur Detektion absorptionsinduzierter Phänomene verwendet wird (siehe Abbildung 2.1).

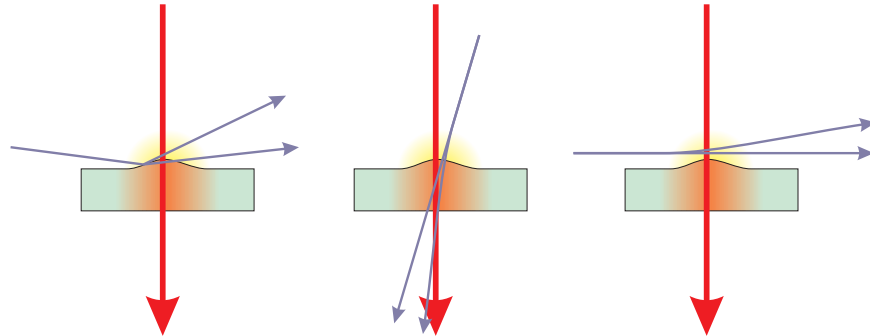


Abbildung 2.1: Photothermische Deflektionsanalyse: Displacement-Ansatz, transmittiver photorefraktiver Ansatz, Mirage-Ansatz

Dabei werden zwei zu unterscheidende Hauptmechanismen ausgenutzt:

1. Aufgrund der absorptiven Aufheizung erfolgt eine lokale Verformung (i.a. Ausdehnung) der Probe, so daß ein unter einem Winkel einfallender Sondenstrahl eine zu der Aufheizung proportionale Ablenkung erfährt, die detektiert werden kann (Displacement-Technik).
2. Infolge absorptiver Erwärmung ändert sich lokal der Brechungsindex der Laserkomponente und des umgebenden Mediums. Der Sondenstrahl, der ein Gebiet mit einem der Aufheizung proportionalen Brechungsindexgradienten durchläuft, erfährt eine Ablenkung (deflection), welche die eigentliche Meßgröße darstellt. Dieser photorefraktive Meßansatz wird entweder mit einem die Probe transmittierenden Strahl oder mit einem parallel zur Probenoberfläche laufenden Sondenstrahl (sogenanntes Mirage-Verfahren [10, 11]) durchgeführt. Ein Spezialfall ist die Verwendung des Pumpstrahls als Sondenstrahls, indem die thermisch induzierte Selbstfokussierung ausgenutzt wird.

Beide Ansätze zeichnen sich durch eine hohe Empfindlichkeit aus, die vor allem aus einer geeigneten Modulierung des Pumpstrahls resultiert, welche erlaubt, die Meßsignale frequenz- und phasenselektiv zu erfassen (Lock-In-Technik). Für eine detailliertere Studie der photothermischen Deflektionsverfahren sei auf die umfangreiche Literatur verwiesen: [50, 96, 13, 104, 57, 56, 20]

Ein wesentlicher Vorteil der PTD-Verfahren ist die hohe erzielbare räumliche Auflösung, mit der Oberflächenprofile der Probeneigenschaften untersucht werden können, und die auch eine tiefenselektive Analyse ermöglicht, was insbesondere bei der Untersuchung von Dünnschichtbeschichtungen von hohem Interesse ist.

Der großen Empfindlichkeit und Flexibilität der PTD-Verfahren steht allerdings ein erheblicher Nachteil gegenüber: Da die gemessenen Signale lediglich indirekt über thermomechanische und thermo-optische Materialeigenschaften mit der absorptiven Aufheizung verknüpft sind, deren exakte Kenntnis i.d.R. nicht vorausgesetzt werden kann und oftmals nur mit einer großen Unsicherheit bestimmbar ist [26], ist eine absolute Kalibrierung der mittels photothermischer Ablenkung ermittelten Absorptionsgrade kaum oder nur eingeschränkt möglich [94].

Selbstverständlich gibt es neben der PTD-Methode noch zahlreiche andere, weniger prominente Verfahren zur indirekten Analyse des Absorptionsgrads, von denen einige kurz erwähnt werden sollen.

Ein Meßkonzept, das vor allem in den achtziger Jahren intensiv verfolgt wurde, ist die *Photoakustik* (PA). Hier wird der Heizstrahl so moduliert (periodisch oder Einzelschuß), daß infolge der Absorption und der damit verbundenen Ausdehnung der Probe und des umgebenden Mediums ein akustisches Signal entsteht, welches mikrophonisch detektierbar ist [73, 85, 91, 61, 92]. Für die Photoakustik gilt der gleiche prinzipielle Einwand wie für die PTD-Verfahren: Die Messung erfolgt über ein indirekt an die Wärmeaufnahme gekoppeltes Phänomen und setzt die Kenntnis zusätzlicher Probenparameter (hier: thermische Ausdehnungskoeffizienten) voraus. Im Gegensatz zu PTD-Ansätzen spielt die Photoakustik für die Absorptionsanalyse heute kaum noch eine Rolle.

Eine Reihe weiterer Meßansätze sollen hier nur stichwortartige Erwähnung finden, da sie entweder lediglich Modifikationen bereits beschriebener Verfahren darstellen oder einen stark eingeschränkten Anwendungsbereich aufweisen. Dies betrifft zum Beispiel die Technik, die absorptiv induzierte thermische Expansion der Probe anhand der bewirkten Doppelbrechung zu detektieren, welche als Polarisationsänderung eines Probe Beams erfaßt wird [1]. Der Zusammenhang zwischen absorbierter Leistung und Polarisationsänderung eines Meßstrahls kann auch in einem interferometrischen Aufbau empfindlich untersucht werden [43]. Für PTD-Techniken, die den Mirageeffekt ausnutzen, ermöglicht die Verwendung eines Resonators für die Analysestrahlung eine Absorptionsgradbestimmung mit ppm-Empfindlichkeit [77]. Ein weiteres Konzept, die absorptive Erwärmung indirekt zu messen, besteht in der Ausnutzung des pyroelektrischen Effekts, der vor allem bei gewissen Kristallen, die in der Frequenzkonversion Verwendung finden, hinreichende Meßspannungen bewirkt [58]. Durch die Verwendung dünner pyroelektrischer Substrate können auch aufgetragene Schichten unter Ausnutzung dieses Effekts hochempfindlich charakterisiert werden, wobei insbesondere die sehr kurzen Ansprechzeiten dieser Temperaturdetektionsmethode erwähnt werden sollten [22]. Auch Verfahren, welche die Probenerwärmung nahezu direkt, aber berührungslos durchführen sollten erwähnt werden: Die von der aufgeheizten Probe emittierte Wärmestrahlung kann detektiert und ausgewertet werden [70]. Für die Abbildung der Wärmestrahlung ($8 - 12 \mu\text{m}$) eignet sich auch die Verwendung von Infrarotwellenleitern (Silberhalidfasern), die eine hohe apparative Flexibilität erlauben [16]. Die auf Detektion der Wärmestrahlung beruhenden Verfahren weisen allerdings i.a. eine geringe Meßempfindlichkeit auf. Abschlie-

ßend soll noch eine Methode angeführt werden, welche die In-Situ-Messung des Absorptionsgrads eines Laserauskopplers ermöglicht, indem der Zusammenhang zwischen der Auskopplertemperatur und der Taillenlage des emittierten Laserstrahls ausgenutzt wird [76].

Für eine umfassendere Darstellung und Gegenüberstellung dieser und weiterer Verfahren sei auf die einschlägige Literatur verwiesen [105, 97, 95, 93].

2.3 Laserkalorimetrisches Verfahren nach ISO 11551

Die bislang angeführten, indirekten Untersuchungsmethoden weisen allesamt den Nachteil auf, daß neben der Wärmekapazität eine Reihe von zusätzlichen Probeneigenschaften, wie etwa die Wärmeleitfähigkeit und die thermischen Ausdehnungskoeffizienten bekannt sein müssen, um aus den gemessenen Signalen Rückschlüsse auf das Maß der absorptiven Aufheizung und somit den Absorptionsgrad zu ermöglichen. Eine absolute Kalibrierung der ermittelten Absorptionsgrade ist daher oftmals mit erheblichen Unsicherheiten verbunden. Als Vorteil der Deflektionstechniken und der Photoakustik wird hingegen oftmals deren im Vergleich zur klassischen Kalorimetrie höhere Empfindlichkeit angeführt, sowie die bessere Eignung zur Durchführung orts aufgelöster Charakterisierungen.

Angesichts ständig wachsender Märkte für Laser- und Lasersysteme ergab sich in den neunziger Jahren die industrielle Notwendigkeit, mit der Erarbeitung eines geeigneten Normentwurfs für ein einheitliches Meßverfahren zur Absorptionsanalyse optischer Komponenten zu beginnen. Für ein Standardmeßverfahren spielt die Absolutkalibrierbarkeit eine ausschlaggebende Rolle. Eine Technik, die auf den Relativvergleich ähnlicher Proben im selben Labor eingeschränkt ist, verfehlt somit eine entscheidende Voraussetzung für eine Verwendung in einer Norm. Hinsichtlich der Meßempfindlichkeiten wurden hingegen weniger hohe Anforderungen gestellt, da die Laseroptiken mit der zu jener Zeit noch größten wirtschaftlichen Relevanz (CO₂-Komponenten) verhältnismäßig hohe und leicht detektierbare Absorptionsgrade aufweisen.

Vor diesem Hintergrund ist es nachvollziehbar, daß die erprobte und meßtechnische simple Laserkalorimetrie (siehe Prinzipskizze in Abbildung 2.2) bei der Wahl des Normverfahrens den Vorzug vor den anderen Untersuchungskonzepten erhielt. Durch die direkte Bestimmung der Temperaturerhöhung in der aufgeheizten Probe schien die absolute Bestimmung der absorbierten Leistung mit hinlänglicher Präzision und Empfindlichkeit möglich zu sein, ohne den z.T. erheblichen apparativen Aufwand anderer Methoden vorauszusetzen. Im Jahr 1997 wurde von der internationalen Organisation für Standardisierung die Norm ISO 11551 [47] veröffentlicht. Seitdem ist ein einheitliches Prüfverfahren zur Charakterisierung der Absorptionsverluste für die Erforschung, Entwicklung und Produktion von Laseroptiken verfügbar.

Im folgenden soll kurz der wesentliche Inhalt der in ISO 11551 dargestellten Meßvorschrift zur Absorptionsgradbestimmung zusammengefaßt werden:

Die Probe wird in einem Halter befestigt, der mit einem Temperaturfühler versehen ist. Mit einem Laserstrahl der (durchschnittlichen) Leistung P wird sie dann für eine Dauer $t_B = t_2 - t_1 = 30\text{s} \dots 180\text{s}$ bestrahlt (mit t_1 : Beginn, t_2 Ende der Bestrahlungszeit). Während der Bestrahlung (Aufheizphase) und im Anschluß

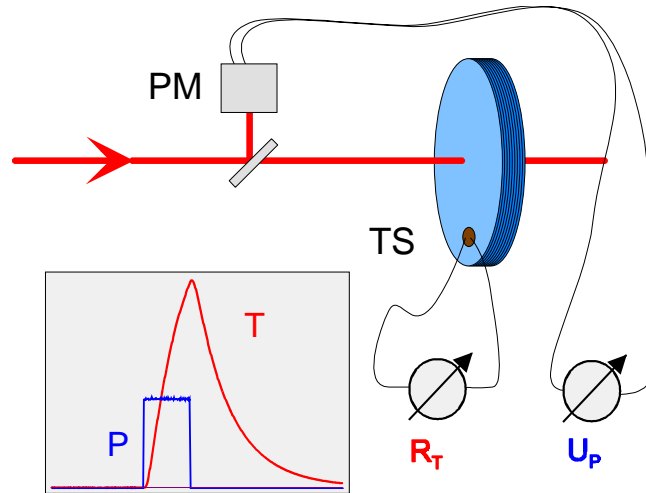


Abbildung 2.2: Prinzipskizze Laserkalorimeter: PM: Leistungsmeßkopf, TS: Temperatursensortyp

daran (Abkühlphase, mindestens 200s) wird das kalibrierte Signal des Temperatursensortyps aufgezeichnet und über der Zeit aufgetragen. Diese Daten sind auszuwerten anhand einer Extrapolation der Abkühlkurve auf den Zeitpunkt $t_1 + t_B/2$, in Analogie zu einer instantanen Einstrahlung der gesamten Energie zu diesem Zeitpunkt. Anhand des ermittelten Extrapolationswertes T_P kann der Absorptionsgrad α aus dem äquivalenten Temperaturanstieg $\Delta T := T_P - T(t_1)$ gemäß folgender Formel berechnet werden (sogenanntes *Pulsverfahren*)

$$\alpha = \frac{\Delta T \sum_i m_i c_i}{t_B P} \quad (2.1)$$

wobei die Summierung über die aufgeheizten Elemente des Systems (i.a. Probe und Probenhalter) durchzuführen ist.

Für den Sonderfall, daß mit der verfügbaren Laserleistung kein hinreichend großer Temperaturanstieg bewirkt werden kann, wird ein alternatives Verfahren vorgeschlagen: Hier wird an einem in der Aufheizphase liegendem Punkt der Temperaturkurve ($t_h \approx 0.8t_B, T_h = T(t_h)$) die Steigung berechnet. Ebenso geschieht dies für jenen Zeitpunkt in der Abkühlphase, bei dem die Temperatur auf den Wert T_h zurückgegangen ist ($t_c > t_2, T_c = T(t_c) \stackrel{!}{=} T_h$). Hieraus berechnet sich der Absorptionsgrad (sogenanntes *Steigungsverfahren*):

$$\alpha = \frac{\sum_i m_i c_i}{P} \left(\left| \frac{dT}{dt} \right|_c + \left| \frac{dT}{dt} \right|_h \right). \quad (2.2)$$

Die gemessene Temperaturkurve einschließlich der graphischen Darstellung der Auswertung (siehe auch Abbildungen 2.16 und 2.17 auf den Seiten 30 und 31) sind dem Testbericht beizufügen.

Die praktische Umsetzbarkeit und Genauigkeit dieses Testverfahrens soll im folgenden untersucht werden.

2.4 Praktikabilität von ISO 11551

Im folgenden soll die Praktikabilität und Präzision des Standardmeßverfahrens zur Bestimmung des Absorptionsgrads untersucht werden. Dabei sollen die drei wesentlichen Spektralbereiche mittleres und fernes Infrarot (MIR/FIR), sichtbares Spektrum und nahes Infrarot (VIS / NIR) und Ultraviolett (UV) getrennt diskutiert werden.

2.4.1 FIR- und MIR-Messungen

Laseroptische Komponenten für die Anwendung im fernen Infrarotbereich weisen Absorptionsgrade auf, die typischerweise oberhalb von 0.1% liegen. Von mit Abstand größter praktischer Bedeutung im FIR ist die Wellenlänge des CO₂-Lasers (10,6µm), der vor allem in der Materialbearbeitung in zahlreichen Anwendungen zum Einsatz kommt. Aufgrund der verhältnismäßig hohen Absorptionsgrade und der niedrigen leistungsbezogenen Kosten der Lasersysteme ist Laserkalorimetrie bei 10.6µm mit relativ geringem Aufwand durchführbar und wird von vielen Laboren zur Charakterisierung der CO₂-Laseroptiken eingesetzt.

Round-Robin-Messungen bei 10.6 µm

Typ	Beschichtung	Substrat	Abmessung
S1	AR/AR, 0°	ZnSe	Ø25 mm × 3 mm
S2	AR/AR, 0°	ZnSe	Ø25 mm × 3 mm
S3	AR/AR, 0°	ZnSe	Ø25 mm × 3 mm
S4	AR/AR, 0°	ZnSe	Ø25 mm × 3 mm
S5x	R=60%/AR, 0°	ZnSe	Ø25 mm × 3 mm
	x=R:	Teilreflektor vorne	
	x=A:	Teilreflektor hinten	
S6	MMR, 0°	Kupfer	Ø25 mm × 6 mm
S7	PS, 0°	Kupfer	Ø25 mm × 10 mm
S8x	SEG, 45°	Kupfer	Ø25 mm × 10 mm
	x=0:	Messung mit Einfallswinkel 0°	
	x=s:	Messung mit Einfallswinkel 45°, s-polarisiert	
	x=p:	Messung mit Einfallswinkel 45°, p-polarisiert	

Tabelle 2.1: Probensatz Absorptionsmessung 10.6µm

Im Rahmen des internationalen CHOCLAB-Projekts zur Laserstrahl- und Optikcharakterisierung wurde zur Untersuchung der Anwendbarkeit des Absorptionsmeßstandards ISO 11551 auf typische CO₂-Laserkomponenten ein breit angelegter Ringversuch initiiert [71]. Ein Probensatz, der sich aus diversen ZnSe-Fenstern und Metallspiegeln (siehe Tabelle 2.1) zusammensetzte, wurde dazu in Laboratorien in Großbritannien, den USA und der

Bundesrepublik Deutschland laserkalorimetrisch vermessen. Da die Einzeluntersuchungen nicht parallel, sondern nacheinander bei den einzelnen Versuchsteilnehmern erfolgten (Zeitraum: 1 Jahr), unterlagen die Proben dem Einfluß von Alterungsprozessen, der sich auch im Ergebnis widerspiegelt.

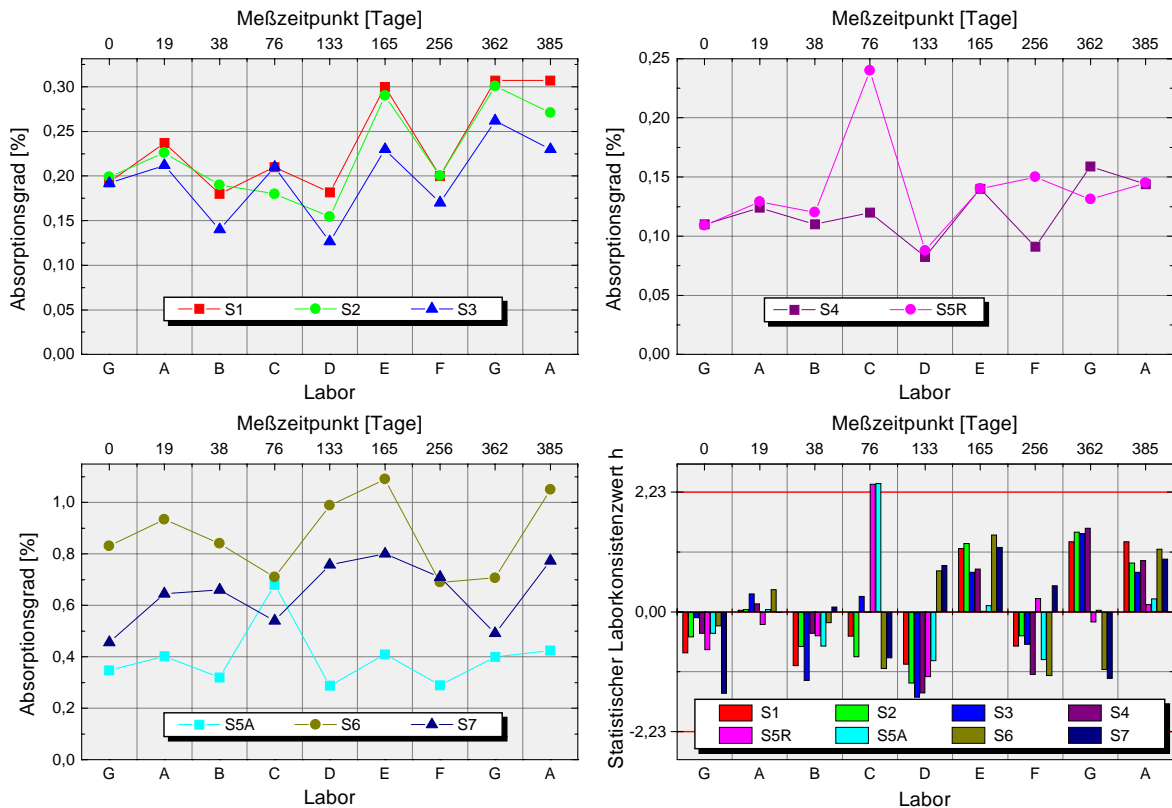


Abbildung 2.3: Ergebnisse des Ringversuchs zur Absorptionsgradmessung bei $10,6\mu\text{m}$; Labornamen A...G anonymisiert.

Ein Auszug der erzielten Ergebnisse, anhand dessen die gute Anwendbarkeit des Standards demonstriert werden kann, findet sich in 2.3. Dargestellt sind die ermittelten Absorptionsgrade sortiert nach Klassen geringer Absorption (S4, S5R), mittlerer Absorption (S1, S2, S3) und hoher Absorption (S5A, S6, S7). Bei allen Proben zeigt sich im Verlauf des sich über einen Zeitraum von mehr als einem Jahre erstreckenden Experiments eine tendenzielle Absorptionszunahme, welche durch Alterungs- und Verunreinigungsphänomene zu erklären ist. Die Versuchsserie wurde gemäß des ASTM-Standardverfahrens E 691 zur Bestimmung der Präzision einer Meßmethode [29] (siehe auch S.103) durchgeführt, und die statistischen Konsistenzwerte sind nach Probentyp und Labor aufgeschlüsselt abgebildet. Lediglich bei zwei der dreiundsechzig erfaßten Meßzellen liegen diese h -Werte jenseits der Testwertschwelle von 2,23, welche sich aus der Laboranzahl $p = 9$ für ein angesetztes Signifikanzniveau von 0,5% ergibt. Der graphische Vergleich der Ergebnisse offenbart, daß die Abweichungen der Laborwerte einer gewissen Systematik unterliegen, welche auf apparaturspezifischen Kalibrierungseinflüssen beruhen könnte.

Insgesamt ergab sich eine Übereinstimmung der Meßergebnisse, welche die Praktikabilität der Norm für die Bestimmung der Absorption bei $10,6\mu\text{m}$ eindrucksvoll belegen. Deswei-

teren zeigte sich, daß bei $\lambda = 10.6\mu\text{m}$ die Art der Probenhandhabung und Probenreinigung keinen wesentlichen Einfluß auf die Meßergebnisse hat. Allerdings stellte sich die erhebliche Bedeutung einer sorgfältigen und einheitlichen Kalibrierung der Meßapparaturen heraus. Unter der Voraussetzung geeigneter Kalibrierverfahren ist die Vergleichbarkeit von Meßergebnissen verschiedener Laboratorien bei Anwendung der ISO 11551 gewährleistet.

Inzwischen wurde ein zweites internationales Round-Robin-Experiment mit 11 Partnern in einer Stern-Ring-Anordnung durchgeführt, bei der jedes teilnehmende Labor einen separaten Probensatz zur Charakterisierung erhielt, welcher im Anschluß an die Messungen permutiert und von einem zweiten Labor untersucht wurde. Bei der noch nicht abgeschlossenen Auswertung zeichnet sich sogar noch eine Verbesserung der Konsistenz der Labore untereinander ab.

Messungen bei $2.1\mu\text{m}$ und $2.9\mu\text{m}$

Eine wesentliche Besonderheit des mittleren Infrarotspektrums von $2 \dots 3\mu\text{m}$ sind die ausgeprägten Absorptionsbanden des Wassers. Laser, die in diesem Wellenlängenbereich emittieren, eignen sich daher in hohem Maß für die Materialbearbeitung stark wasserhaltiger Stoffe, insbesondere organischen Gewebes. Im Bereich der Medizin sind damit wichtige neue therapeutische Ansätze erschließbar. Aus diesem Grund ist derzeit ein rasanter Entwicklungsprozeß bei Lasersystemen wie dem Ho:YAG ($\lambda = 2.1\mu\text{m}$) oder Er:YAG ($\lambda = 2.9\mu\text{m}$) festzustellen. Die verhältnismäßig hohen Pulsenergien der i.a. repetierlich betriebenen Laser stellen große Anforderungen an die Qualität der eingesetzten Laserkomponenten, so daß für deren Optimierung und Qualitätsprüfung präzise Charakterisierungstechniken benötigt werden.

Für die notwendigen Laseroptiken werden vorrangig oxidische und fluoridische Substrat- und Beschichtungsmaterialien verwendet. Untersuchungen zur Absorption bei $2.1\mu\text{m}$ und $2.9\mu\text{m}$ ergaben [35], daß typische Optiken Absorptionsgrade von einigen ppm bis zu einigen Tausend ppm aufweisen können. So absorbierten Saphir-, Kalziumfluorid- und Infrasilsubstrate mit einseitigen ARII-Entspiegelungen aus $\text{Ta}_2\text{O}_5/\text{SiO}_2$ oder $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ etwa 500 bis 1000 ppm der einfallenden Strahlung ($\lambda = 2.1\mu\text{m}$). Berücksichtigt man die hohen verfügbaren Laserleistungen, so ist die erforderliche Meßempfindlichkeit nur unwesentlich höher als für typische CO_2 -Laserkomponenten. Weitere Absorptionsmessungen an unbeschichteten Magnesiumfluoridsubstraten ergaben allerdings zum Teil Absorptionswerte, die unterhalb von 50 ppm/cm lagen. Angesichts solcher geringer Absorptionsverluste und einer zu erwartenden weiteren Optimierung von MIR-Coatings, sind deutlich gesteigerte Anforderungen an die Meßapparaturen zu stellen.

2.4.2 NIR- und VIS-Messungen

Analog zur Bedeutung des CO_2 -Laser im MIR und FIR hat der Nd:YAG-Laser (1064 nm) eine herausragende Stellung unter den kohärenten Strahlquellen im VIS- und NIR-Spektrum. Die Palette seiner Anwendungen erstreckt sich von der Meß- und Analysetechnik mit hochstabilen Lasern von wenigen mW Leistung bis zum Trennen und Fügen von Metallen mit Multikilowattsystemen. Durch die zunehmende Verfügbarkeit kostengünstiger Laserdioden

Typ	Anz.	Beschichtung	Substrat	Abmessung
HRB1	3	HR1064 0°	BK7	Ø25 mm × 1.1 mm
HRB3	3	HR1064 0°	BK7	Ø25 mm × 3 mm
HRB6	3	HR1064 0°	BK7	Ø25 mm × 6.35 mm
HRS1	3	HR1064 0°	Suprasil II	Ø25 mm × 1 mm
ARB6	3	ARII 1064 0° beids.	BK7	Ø25 mm × 6.35 mm
ARS1	3	ARII 1064 0° beids.	Suprasil II	Ø25 mm × 1 mm
UCS1	3	unbeschichtet	Suprasil II	Ø25 mm × 1 mm
UCS6	3	unbeschichtet	Suprasil II	Ø25 mm × 6.35 mm
ZERO	1	„Leerprobe“: geschwärzter Aluminiumring, Ø25 mm		

Tabelle 2.2: Probensatz Absorptionsmessung 1064nm

hoher Leistung, mit welchen Nd:YAG sehr effizient gepumpt werden kann, und durch die Möglichkeiten der Frequenzkonversion in den sichtbaren Spektralbereich zeichnet sich eine weitere Steigerung der Bedeutung von Nd:YAG-Lasersystemen ab. So haben frequenzverdoppelte Systeme bei 532 nm den ebenfalls grün emittierenden, aber wesentlich ineffizienteren Ar⁺-Laser (514 nm) an vielen Stellen bereits verdrängt.

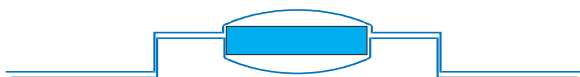


Abbildung 2.4: PET-Optikverpackung

Die im NIR und VIS zum Einsatz kommenden Laserkomponenten unterscheiden sich hinsichtlich der Substrat- und Beschichtungsmaterialien erheblich von typischen CO₂-Optiken. Dies gilt auch für die Absorptionsgrade, welche im FIR i.d.R. einige 0.1% betragen, während sie beispielsweise bei guten Nd:YAG-Spiegeln fast drei Größenordnungen geringer sind. Es ist offensichtlich, daß zur präzisen Analyse derart geringer Absorptionsgrade im ppm-Bereich wesentlich höhere Anforderungen an die Meßempfindlichkeit zu stellen sind als dies bei der Charakterisierung von FIR-Optiken der Fall ist. Deshalb muß der Frage nachgegangen werden, inwiefern das in ISO 11551 beschriebene Meßverfahren für die Anwendung auf Nd:YAG-Laserkomponenten und ähnlich gering absorbierende Proben geeignet ist.

Die im NIR und VIS zum Einsatz kommenden Laserkomponenten unterscheiden sich hinsichtlich der Substrat- und Beschichtungsmaterialien erheblich von typischen CO₂-Optiken. Dies gilt auch für die Absorptionsgrade, welche im FIR i.d.R. einige 0.1% betragen, während sie beispielsweise bei guten Nd:YAG-Spiegeln fast drei Größenordnungen geringer sind. Es ist offensichtlich, daß zur präzisen Analyse derart geringer Absorptionsgrade im ppm-Bereich wesentlich höhere Anforderungen an die Meßempfindlichkeit zu stellen sind als dies bei der Charakterisierung von FIR-Optiken der Fall ist. Deshalb muß der Frage nachgegangen werden, inwiefern das in ISO 11551 beschriebene Meßverfahren für die Anwendung auf Nd:YAG-Laserkomponenten und ähnlich gering absorbierende Proben geeignet ist.

Round-Robin-Messungen bei 1.06 µm

Für die Qualifizierung des Absorptionsgradmeßverfahrens nach ISO 11551 wurden fünf Sätze von typischen Laseroptiken der Wellenlänge 1064 µm hergestellt, deren Zusammensetzung in Tabelle 2.2 dargestellt ist. Als Substratmaterialien wurden BK7 und Suprasil II (synthetisches Quarzglas der Fa. Heraeus) eingesetzt, während als Beschichtungen einerseits hochreflektierende Vielschichtsysteme, andererseits reflexmindernde V-Coatings aufgedampft wurden.

Um die Kontamination der Optiken infolge von Probenlagerung und -handling möglichst gering zu halten, wurden die Proben in dicht schließenden Behältern aus tiefgezogenem PET aufbewahrt, wodurch auf die Verwendung von (möglicherweise fusselndem) Linsenpapier

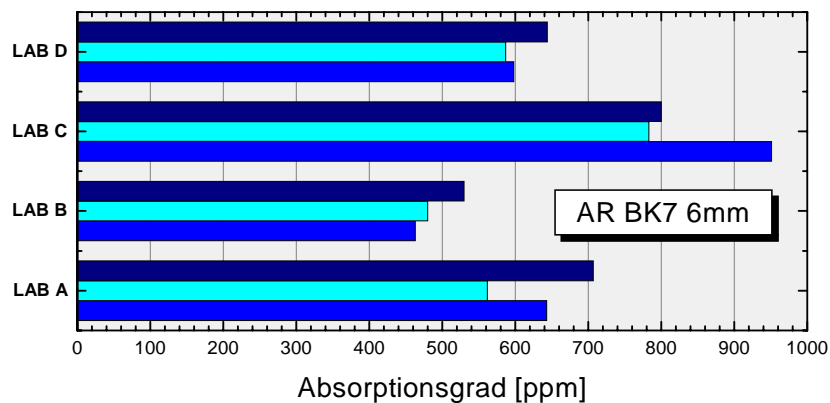


Abbildung 2.5: Ergebnisse des Round-Robin-Tests „Absorptionsgrad 1064nm“ für BK7-Proben, 6mm dick, beidseitig entspiegelt

verzichtet werden konnte (siehe Abbildung 2.4).

Vier Meßlabore (Laser- und Medizin- Technologiezentrum Berlin, Hochschule für Technik und Wirtschaft Mittweida, Institut für Strahlwerkzeuge Stuttgart, Laser Zentrum Hannover) erhielten in einer parallelen Versuchsanordnung jeweils einen solchen Probenatz zur Unter-

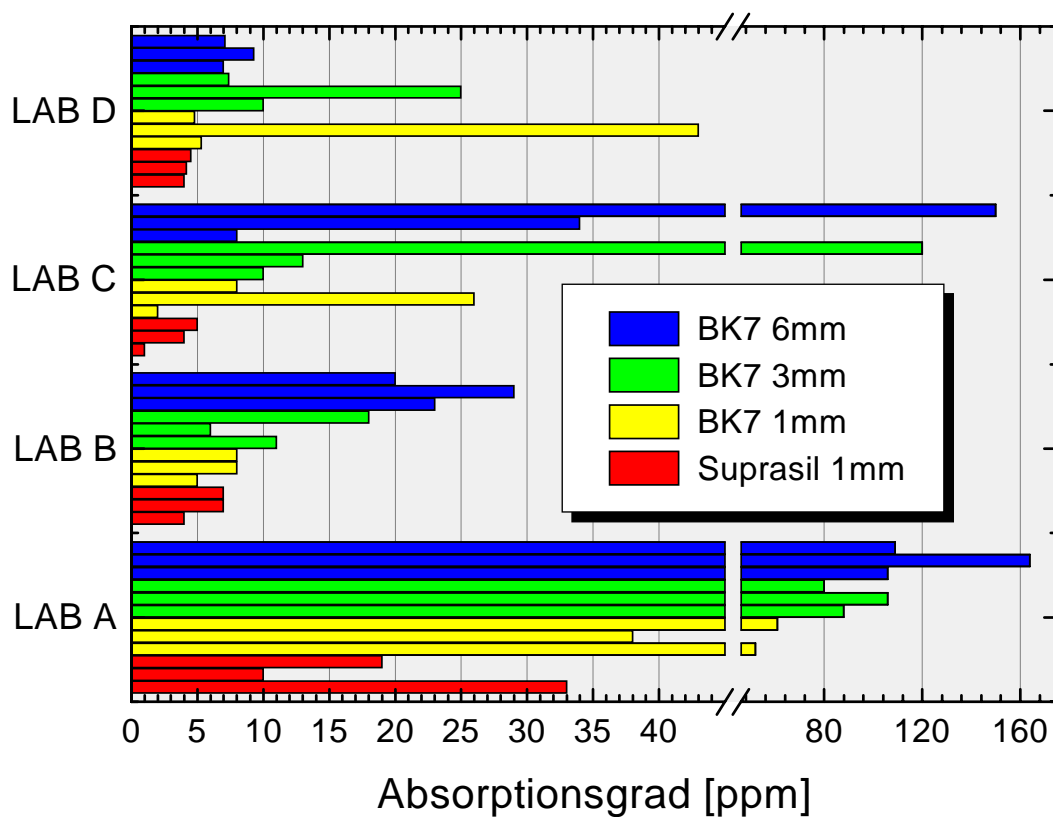


Abbildung 2.6: Ergebnisse des Round-Robin-Tests „Absorptionsgrad 1064nm“ für Proben hoher Reflektivität

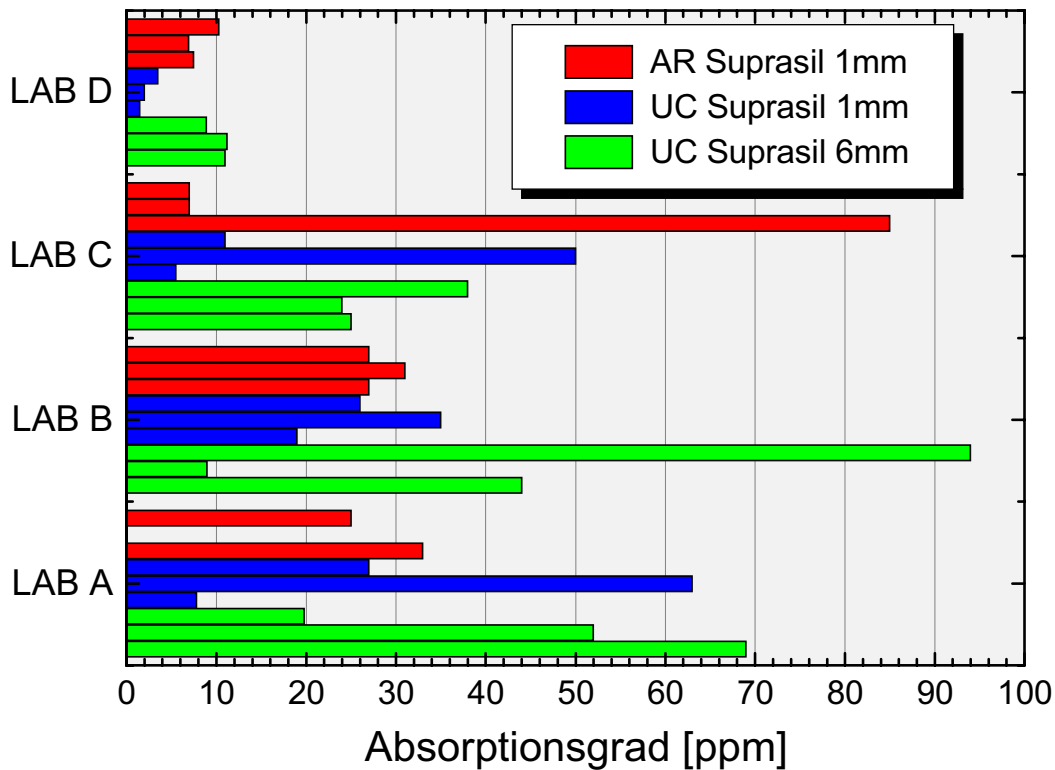


Abbildung 2.7: Ergebnisse des Round-Robin-Tests „Absorptionsgrad 1064nm“ für Suprasilproben geringer Reflektivität

suchung gemäß ISO 11551 [101].

Bei der Betrachtung der unterschiedlichen Proben typen ist es sinnvoll, die Absorptionsbeiträge des Substratvolumens, der Coatings und der Probenoberflächen separat zu diskutieren.

In [Abbildung 2.5](#) sind die Meßergebnisse für die beidseitig entspiegelten, 6.3 mm dicken BK7-Proben dargestellt. Bei diesem Proben typ liefert die hohe Bulkabsorption den maßgeblichen Beitrag zum Gesamtabsorptionsgrad, wogegen die Beiträge der Coatings und Oberflächen vernachlässigbar sind. Der Mittelwert über alle Proben und Labore ergibt dabei 646 ppm bei einer Standardabweichung von 143 ppm. Die Schwankung der Labormittelwerte sind dabei wesentlich größer als die jeweiligen einzelnen Schwankungen der Labormesswerte. Dies deutet darauf hin, daß hier weniger die Schwankungen von Probeneigenschaften als vielmehr etwaige Kalibrierungsunsicherheiten maßgebend für die Genauigkeit der Messungen sind.

[Abbildung 2.6](#) faßt die Ergebnisse für die hochreflektierenden Proben typen zusammen, wobei alle Proben in derselben Charge beschichtet wurden. Auffälligerweise liegt die Mehrzahl der Ergebnisse in der Größenordnung von knapp 10 ppm, während gleichzeitig für viele Proben auch wesentlich höhere Ergebnisse gemessen wurden. Die relativen Schwankungen der Ergebnisse ($\alpha = 31.8 \pm 41$ ppm) sind dabei wesentlich höher als bei den entspiegelten BK7-Proben. Es ist festzustellen, daß die „erhöhten“ Meßwerte bei den dickeren BK7-Proben stärker gehäuft sind als bei den anderen Proben typen. Um dieses Phänomen zu analysieren, wird zunächst theoretisch der Einfluß der Substrate auf die Absorptionsmessungen erörtert.

Weil nahezu keine Strahlung durch die Schichtstapel dringen kann (HR 1064nm 0°, Transmissionsgrad < 500ppm), ist der Beitrag der Substratabsorption zur Probenerwärmung vernachlässigbar¹, und alle Proben sollten aufgrund ihrer identischen Coatings in erster Ordnung gleiche Absorptionsgrade aufweisen. Dies bedeutet, daß Proben mit größerer Wärmekapazität bei gleicher absorbiertes Leistung eine geringere zu messende Erwärmung aufweisen müßten.

Für die hier verwendeten Substrattypen (Wärmekapazitäten Suprasil 1 mm: 0.83 J/K, BK7 1.1 mm: 1.16 J/K, BK7 3 mm: 3.14 J/K und BK7 6.3 mm: 6.7 J/K) sind die charakteristischen Temperaturkurven unter Annahme einer gleichen, willkürlichen Absorption simuliert worden (siehe Abbildung 2.8).

Aus dieser Graphik wird deutlich, daß etwaige Störsignale, welche den Temperaturkurven superponiert sind, beispielsweise für die 6.3 mm dicken BK7-Substrate einen etwa viermal größeren relativen Meßfehler bewirken als bei den 1 mm dicken Suprasilproben. Dies deutet auf Signalstörungen, deren Ursprung im einzelnen zu untersuchen wäre, als eine mögliche Ursache für die erheblichen Meßwertschwankungen hin.

In Abbildung 2.7 sind die an gering reflektierenden Suprasilproben gemessenen Absorptionsgrade graphisch dargestellt. Bei diesen Probentypen müssen sowohl die Bulkabsorptionen, als auch die Absorptionsverluste der Coatings bzw. Oberflächen berücksichtigt werden. Dabei ist theoretisch zu erwarten, daß die ARS1-Proben höhere Absorptionsgrade aufweisen als die gleichen Substrate ohne Entspiegelung (UCS1), und daß die dickeren unbeschichteten Substrate (UCS6) aufgrund der größeren (längenproportionalen) Volumenabsorption höhere Absorptionsgrade aufweisen als die dünneren Proben (UCS1). Diese Erwartungen werden, mit Ausnahme von Labor D, durch die Messungen nicht eindeutig bestätigt. Das läßt auch hier eine mögliche Verfälschung der Messungen durch Störsignale vermuten.

Einfluß der Probenreinigung auf den Absorptionsgrad

Als eine weitere mögliche Ursache für die starken Schwankungen der Meßwerte und die Abweichung von den theoretischen Vorhersagen ist der Einfluß der Probenreinigung auf die Meßergebnisse zu untersuchen. Während die Proben in den Laboren A, B, C manuell von den Optikcharakterisierern gereinigt worden waren, geschah in Labor D eine automatisierte, maschinelle Reinigung mittels eines Spin-Cleaners². Dies kann unter Umständen eine

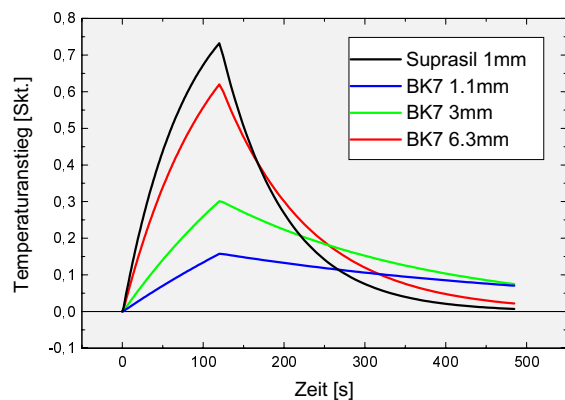


Abbildung 2.8: Temperaturkurven bei verschiedenen Wärmekapazitäten

¹Bei den genannten Untersuchungen der entspiegelten BK7-Proben hatten sich Absorptivitäten von ca. 100ppm/cm ergeben. Insgesamt kann somit der Bulkabsorptionsgrad für die HRBx-Proben sicher als kleiner 10^{-6} abgeschätzt werden.

²Bei diesem Gerät wird die Probe durch einen Unterdruck auf einem Aufnehmer befestigt, der mit hoher Geschwindigkeit rotiert. Die Probenoberfläche wird mit einer weichen Bürste und einem Hochdruckflüssigkeitsstrahl gereinigt. Als Reinigungsflüssigkeiten kommen deionisiertes Wasser, Azeton und Isopropanol zum Einsatz. Aufgrund der hohen Drehfrequenz der Probe werden die aufgebrachtten Flüssigkeiten mitsamt der angelösten Verschmutzungen rasch von der Oberfläche heruntergeschleudert, bevor sie verdunsten können. Der

Verbesserung der Reproduzierbarkeit des Reinigungsverfahrens bewirkt haben. Um dieser Fragestellung nachzugehen, wurde ein weiterer Versuch unternommen, die Beeinflussung der Messung durch die Probenvorbehandlung zu untersuchen.

Zu diesem Zweck wurde ein Satz achtzehn gleicher Quarzsubstrate einer definierten Kontamination (offene Lagerung in einem Grauraum) unterworfen. Anschließend wurden zwölf dieser Proben manuell, und die sechs anderen Proben maschinell gereinigt. Die manuelle Probenreinigung wurde von sechs verschiedenen Versuchspersonen an zwei unterschiedlich ausgestatteten Arbeitsplätzen durchgeführt. Bei dem einen handelte es sich um einen Reinraumarbeitsplatz der Klasse 200, der mit einem Nomarskimikroskop für die Probeninspektion ausgestattet war, während sich der andere Arbeitsplatz in einem Labor ohne Luftfilterung befand, in dem lediglich ein einfaches Fernfeldmikroskop zur Inspektion verfügbar war. Als wählbare Putzmittel standen Azeton, Methanol, Isopropanol, Linsenpapier und diverse Probenhalterungen zur Verfügung. Die maschinelle Reinigung wurde bei allen dafür vorgesehenen Proben in identischer Weise mit dem Spin-Clean-Automaten durchgeführt.

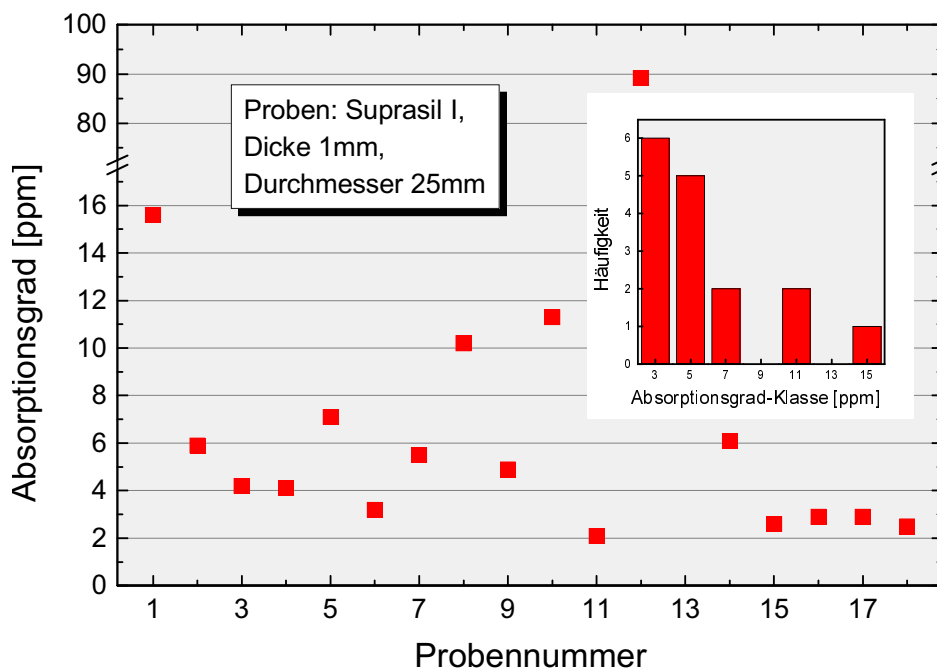


Abbildung 2.9: Einfluß der Probenreinigung auf den Absorptionsgrad

Im Anschluß an die Reinigung wurden der Absorptionsgrad aller Proben in einem Laserkalorimeter der Wellenlänge 1064 nm bestimmt. Die Ergebnisse sind in Abbildung 2.9 dargestellt. Während die meisten Werte im Intervall zwischen zwei und vier ppm lagen, wurden für eine Reihe von Proben auch deutlich höhere Ergebnisse ermittelt. Der Vergleich der Ergebnisse ergab, daß beim manuellen Reinigen nicht die Ausstattung des Arbeitsplatzes hinsichtlich der Luftfilterung, sondern vorrangig die Putztechnik und die praktische Übung der Testpersonen ausschlaggebend für die Resultate waren. Die Ergebnisse der maschinell gereinigten Proben lagen im vorderen Mittelfeld. Insgesamt wurde der erhebliche Einfluß der

Reinigungsvorgang dauert insgesamt lediglich ca. 2 Minuten für eine Probe.

Probenvorbehandlung auf die Absorption deutlich. Ungeübte können beim Putzen durchaus eine unbeabsichtigte zusätzliche Verschmutzung herbeiführen, die den Absorptionsgrad absolut in der Größenordnung 10^{-4} erhöhen kann. Aber auch bei den Proben, welche von in der Probenvorbehandlung erfahrenen Optikcharakterisierungsexperten gereinigt wurden, waren Absorptionsgradschwankungen um einige ppm festzustellen.

2.4.3 UV-Messungen

Ähnlich wie bei den CO₂-Optiken weisen auch im ultravioletten Spektrum viele typische Laseroptiken verhältnismäßig hohe Absorptionsgrade im Bereich von 0.1% auf. Allerdings sind bei laserkalorimetrischen Untersuchungen im UV zwei wesentliche Aspekte zu berücksichtigen, die bei den höheren Wellenlängen kaum eine Rolle spielen [31].

Aufgrund der hohen Photonenenergien tritt ein deutlicher nichtlinearer Effekt im Absorptionsverhalten auf, der eine Abhängigkeit des Absorptionsgrades von der eingestrahlten Leistungsdichte bewirkt. Für den (Gesamt-) Absorptionsgrad gilt dann in erster Ordnung:

$$\alpha = \alpha_0 + \beta H / \tau_{\text{Pulse}} \quad (2.3)$$

wobei H die Pulsenergiedichte, τ_{Puls} die Pulsdauer, α_0 und β die Koeffizienten für die Ein- bzw. Zweiphotonenabsorption bezeichnen.

Der zweite wichtige Aspekt ist die reversible und irreversible Degradation von Optiken, die bei intensiver UV-Bestrahlung auftreten können. Als wichtiges Beispiel für irreversible Veränderungen sind kumulative Zweiphotonenprozesse zu nennen, bei denen stark UV-absorbierende Farbzentren ausgebildet werden.

Um den Auswirkungen dieser Phänomene entgegenzuwirken, ist es sinnvoll, die eingestrahlten Energien einzuschränken. Dies erfordert eine hohe Empfindlichkeit der verwendeten Kalorimeter, die weit über jene Anforderungen hinausgeht, wie sie etwa bei der Charakterisierung von CO₂-Optiken an das Meßverfahren zu stellen sind.

Bei geeigneter Adaptierung und Optimierung des Meßverfahrens, insbesondere hinsichtlich der Meßempfindlichkeit und Strahlführung, konnte demonstriert werden, daß die Laserkalorimetrie eine gut geeignete Methode ist, um die im UV relevanten Fragestellungen bezüglich der Absorptionseigenschaften von Optikkomponenten zu untersuchen [75, 27, 32, 65].

2.4.4 Zusammenfassung

In den vorangegangenen Abschnitten wurde die Anwendung des Standards ISO 11551 zur Bestimmung des Absorptionsgrads optischer Laserkomponenten bei den derzeit relevantesten Laserwellenlängen diskutiert.

Von besonderem Interesse ist dabei die Wellenlänge des CO₂-Lasers, der im Bereich der Materialbearbeitung eine enorme Ausbreitung erlangt hat, und bei dem die Messung des Absorptionsgrads für die Qualitätsprüfung der eingesetzten optischen Komponenten von zentraler Bedeutung ist. Es konnte gezeigt werden, daß die laserkalorimetrische Meßmethode bei dieser Wellenlänge zuverlässig angewandt werden kann.

Bei der Umsetzung des Meßverfahrens in kürzerwelligen Spektralbereichen ergeben sich allerdings eine Reihe von Schwierigkeiten, welche bei $10.6\mu\text{m}$ keine Rolle spielen:

- Im Gegensatz zu typischen FIR-Optikmaterialien (Zinkselenid, Germanium, Kupfer) weisen Materialien für Komponenten in Lasersystemen kürzerer Wellenlängen (z.B. BK7, synthetischer Quarz) oft eine sehr viel geringere Wärmeleitfähigkeit auf. Dies kann zu der Ausbildung steiler Temperaturgradienten auf der Probe führen. In der Folge hängt das Ergebnis einer Absorptionsmessung stark von der Wahl der Temperaturfühlerposition ab. Der Einfluß der thermophysikalischen Eigenschaften der Proben auf die ortsabhängige Temperaturdynamik sowie Ansätze zur korrekten Evaluierung kalorimetrischer Daten müssen vor diesem Hintergrund detailliert erörtert werden.
- Die typischen Absorptionsgrade sind bei den kürzeren betrachteten Wellenlängen (besonders im VIS/NIR) wesentlich geringer als im FIR, während gleichzeitig die bei vertretbarem Kostenaufwand verfügbaren Laserleistungen im Vergleich zum CO_2 -Laser oftmals deutlich niedriger sind. Insgesamt bedeutet dies, daß die durch die Laserbestrahlung bewirkte absorptive Erwärmung, welche die relevante Meßgröße darstellt, um mehrere Größenordnungen kleiner ist als bei der CO_2 -Laserkalorimetrie. Daraus leiten sich hohe Anforderungen an die Meßempfindlichkeit und die Signalstabilität der Laserkalorimeter ab.
- Angesichts sehr kleiner Absorptionsverluste wächst auch der Einfluß von Störungen durch Streulicht, der die Meßergebnisse erheblich verfälschen kann und eine Optimierung der Strahlführung und der Probenhalterkonzepte notwendig macht.

Im folgenden sollen die thermophysikalischen, apparativen und prozessualen Problemfelder im einzelnen untersucht werden mit dem Ziel, Verbesserungen zu erarbeiten und auf der Basis des laserkalorimetrischen Ansatzes in ISO 11551 ein geeignetes Instrumentarium zur präzisen Prüfung des Absorptionsgrads verfügbar zu machen. Dabei soll die theoretische Erörterung der thermischen Prozesse den praktischen Betrachtungen zur Apparatur und Meßdurchführung vorangestellt werden.

2.5 Analyse kalorimetrischer Daten

2.5.1 Einführung

Für das Verständnis laserkalorimetrischer Absorptionsgradmessungen ist die Fragestellung, in welchem Zusammenhang die absorbierte Wärme zu dem am Ort der Thermofühler meßbaren Temperatursignal steht, von größter Relevanz. Welche Wärmemenge Q einen Temperaturanstieg ΔT der Meßprobe bewirkt, wird durch die Stoffgröße der spezifischen Wärmekapazität c_p festgelegt³. Unter der Annahme einer homogenen Proben temperatur (welche nicht notwendig identisch ist mit der Annahme einer Gleichverteilung der aufgenommenen Wärme) gilt für eine Probe, welche sich aus Elementen unterschiedlicher Stoffeigenschaften zusammensetzt: $\Delta T = Q \sum_i m_i c_{p,i}$.

Da die absorptive Leistungseinkopplung für gewöhnlich auf einen kleinen Probenbereich beschränkt bleibt, bildet sich ein Temperaturgradient auf der Probe aus. Die Steilheit des Temperaturprofils und die „Geschwindigkeit“ der Dissipation der eingekoppelten Wärme in der Probe werden durch die Wärmeleitfähigkeit k charakterisiert. Bei den photothermischen Deflektionsverfahren, welche in Abschnitt 2.2 besprochen wurden, beruht das Meßprinzip weniger auf der integralen Erfassung der eingekoppelten Wärme, als vielmehr auf der Messung von Signalen, die sich von den erzeugten Temperaturgradienten ableiten lassen und zur absolut aufgenommenen Wärmemenge lediglich proportional sind. Die Wärmeleitfähigkeit geht somit direkt in die gemessenen Signale ein. Insbesondere bei Dünnschichtsystemen, in denen die thermophysikalischen Parameter oftmals erheblich von den für die entsprechenden Bulkmaterialien bekannten Werten abweichen, und wo auch Wärmeübergangswiderstände an den Grenzflächen wirksam sein können, trägt dies eine große Meßunsicherheit ein.

Demgegenüber wird bei der „klassischen“ Laserkalorimetrie in erster Ordnung davon ausgegangen, daß Wärmeleitungseinflüsse angesichts der relativ großen Zeitspanne einer Messung (PTD: Signalperioden z.B. im Millisekundenbereich, LC: Signalperioden typischerweise Minuten) vernachlässigbar seien. Inwieweit diese Annahme auch bei Proben geringer Wärmeleitfähigkeit berechtigt ist, soll im folgenden untersucht werden. Da die Abhängigkeit der LC-Messungen von der Wärmeleitfähigkeit im Gegensatz zu PTD-Verfahren prinzipiell erst in höherer Ordnung zu erwarten ist, sollen dabei verhältnismäßig einfache Modelle betrachtet werden.

Die Fragestellung hinsichtlich der thermophysikalischen Vorgänge in den Beschichtungen soll dabei vernachlässigt werden. Diese Aspekte sind bei LC-Messungen als nachrangig einzustufen: Selbst wenn der Wärmetransport in einem Schichtsystem effektiv um Größenordnungen langsamer ist als im Substrat, so beträgt die zu überbrückende Distanz bis in das Substrat typischerweise nur wenige Mikrometer. Die Entfernung, welche die Wärme im Substrat bis zum Ort der Thermofühler überwinden muß, ist somit um etwa vier Größenordnungen größer. Für die detektierbare Verzögerung des Temperatursignals ist somit vorrangig die Wärmeleitfähigkeit des Substratmaterials verantwortlich.

³Die für viele Stoffe beträchtliche Temperaturabhängigkeit von c_p soll vernachlässigt werden, da die laserkalorimetrischen Messungen für gewöhnlich bei Raumtemperatur stattfinden und die dabei auftretenden Erwärmungen maximal einige Kelvin betragen.

2.5.2 Theorie der Probenerwärmung

Für die Untersuchung der Temperaturdynamik einer einen Laserstrahl absorbierenden Probe soll folgendes Modell diskutiert werden: Die Probe sei zylinderförmig mit Radius R , und werde im Zeitraum $[t_1, t_2]$ durch einen Laserstrahl radialsymmetrisch bestrahlt. Pro Volumenelement werde dabei die Wärmemenge $Q(\rho, z)$ eingekoppelt. Die Wärmeverluste pro Einheitsflächenelement an der Probenoberfläche (Konvektion und Abstrahlung) seien proportional zur Differenz aus Oberflächen- und Umgebungstemperatur. Dies ist eine akzeptable Näherung, wenn die Temperaturdifferenz $T - T_C$ klein ist und für die Berechnung der Strahlungsverluste gilt $T^4 - T_C^4 = (T_C + \Delta T)^4 - T_C^4 \approx (T - T_C) \times 4T_C^3$. Praktisch bedeutet dies, daß für Messungen bei Raumtemperatur die absorptiven Aufheizungen auf wenige Kelvin beschränkt bleiben müssen. Hinsichtlich seiner thermophysikalischen Eigenschaften soll das Probenmedium im folgenden als isotrop und homogen angenommen werden. Für die Betrachtung anderer Geometrien sei auf die Fachliteratur verwiesen [8, 19, 59, 67]. Auch mit der Definition der Relativtemperatur $\vartheta(\rho, z, t) := T(\rho, z, t) - T_C$ wird die Temperaturdynamik in der Probe durch die folgenden Differentialgleichungen beschrieben [59] (mit ρ, z Zylinderkoordinaten):

$$\eta c_p \dot{\vartheta} - \nabla(k \nabla \vartheta) = Q(\rho, z). \quad (2.4)$$

Die verwendeten Formelzeichen werden in Tabelle A.2 auf Seite 102 erläutert. Die Wärmekopplung mit der Umgebung ergibt Randbedingungen für die Probenoberfläche:

$$\begin{aligned} k \partial_\rho \vartheta(\rho, z, t) |_{\rho=R} &= h \vartheta(R, z, t) \\ k \partial_z \vartheta(\rho, z, t) |_{z=0} &= h \vartheta(\rho, 0, t) \\ -k \partial_z \vartheta(\rho, z, t) |_{z=L} &= h \vartheta(\rho, L, t) \end{aligned} \quad (2.5)$$

ergänzt durch die bei Zylinderkoordinaten zweckmäßige Forderung

$$\partial_\rho \vartheta(\rho, z, t) |_{\rho=0} = 0 \quad (2.6)$$

nach einem Temperaturextremum in der Probenmitte.

Lösung im Abkühlungsfall

Im quellenfreien Fall, also ohne Aufheizung der Probe $Q(\rho, z) = 0$, ergibt sich mit $\kappa = \frac{k}{\eta c_p}$ (Diffusivität) die Differentialgleichung

$$\left(\partial_\rho^2 + \frac{1}{\rho} \partial_\rho + \partial_z^2 - \frac{\partial_t}{\kappa} \right) \vartheta = 0 \quad (2.7)$$

die mit einem Separationsansatz

$$\vartheta(\rho, z, t) = f(\rho) * g(z) * h(t) \quad (2.8)$$

gelöst werden kann:

$$\begin{aligned}
 0 &= \frac{f''(\rho) + f'(\rho)/\rho}{f(\rho)} + \frac{g''(z)}{g(z)} - \frac{h'(t)}{\kappa h(t)} & (2.9) \\
 &\implies \\
 -\xi^2 &= \frac{f''(\rho) + f'(\rho)/\rho}{f(\rho)} \\
 -\lambda^2 &= \frac{g''(z)}{g(z)} \\
 \xi^2 + \lambda^2 &= -\frac{h'(t)}{\kappa h(t)} .
 \end{aligned}$$

Für die radiale Abhängigkeit der Proben- und Umgebungstemperaturen ergeben sich Lösungen, die sich aus

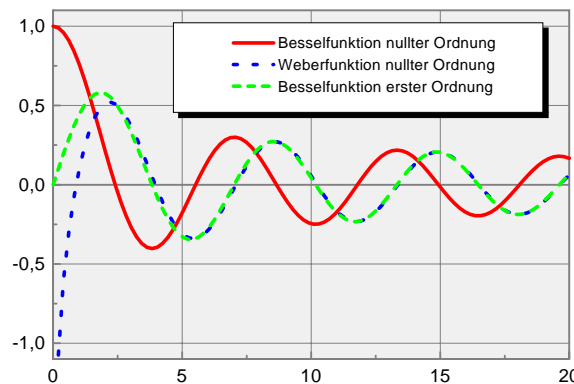


Abbildung 2.10: Bessel- und Weberfunktionen

Besselfunktionen J_0 und Weberfunktionen Y_0 zusammensetzen

$$f(\rho) = FJ_0(\xi\rho) + F'Y_0(\xi\rho) \quad (2.10)$$

wobei sich aus der Randbedingung für $\rho = 0$ ergibt $F' = 0$. Für die Abhängigkeit in z -Richtung folgt mit der Forderung nach reellen Lösungen

$$g(z) = G \sin(\lambda z) + G' \cos(\lambda z) \quad (2.11)$$

wobei $G' = G \frac{k\lambda}{h}$ substituiert werden kann aufgrund der Randbedingung bei $z = 0$. Für die zeitliche Abhängigkeit ergibt sich schließlich

$$h(t) \propto e^{-\kappa(\xi^2 + \lambda^2)t} . \quad (2.12)$$

Aus der Randbedingung, daß die Differenz von Proben- und Umgebungstemperatur ϑ im aufheizungs-freien Fall abnehmen muß ($\lim_{t \rightarrow \infty} h(t) = 0$), folgt als Einschränkung der Konstanten $\xi^2 + \lambda^2 > 0$ mit $\xi, \lambda \in \mathbb{R}$ ⁴. Eine allgemeine Lösung im quellenfreien Fall läßt sich nach Gleichung 2.8 entwickeln

⁴Wird hingegen die Heizquelle periodisch moduliert, wie dies z.B. bei PTD-Messungen der Fall ist, so müssen komplexe Konstanten λ, ξ zugelassen werden, die dann die Ausbreitung von Wärmewellen beschreiben können.

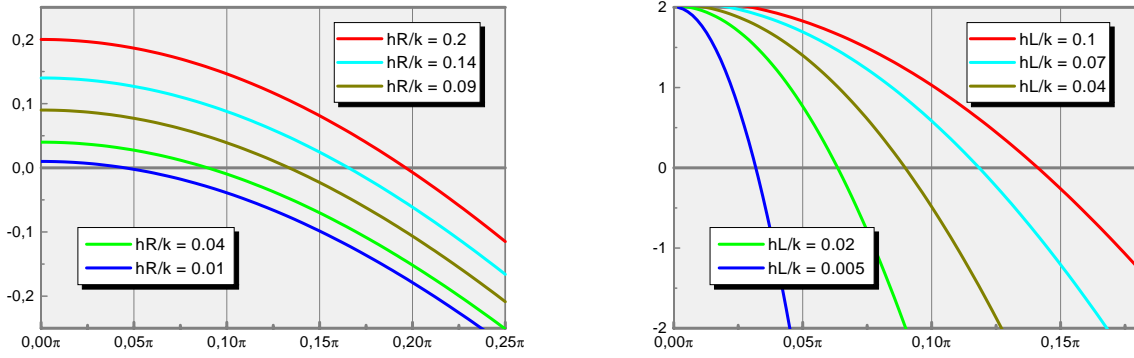


Abbildung 2.11: Graphische Lösungen der Randbedingungen: links $\frac{hR}{k} J_0(x) - x J_1(x)$, rechts $2 \cos x + \left(\frac{hL}{kx} - \frac{kx}{hL}\right) \sin x$

$$\vartheta(\rho, z, t) = \sum_{i,j} F_i J_0(\xi_i \rho) G_j \left(\sin(\lambda_j z) + \frac{k \lambda_j}{h} \cos(\lambda_j z) \right) e^{-\kappa(\xi_i^2 + \lambda_j^2)t}. \quad (2.13)$$

Die diskreten Koeffizienten ξ_i und λ_j ergeben sich aus transzendenten Gleichungen, die aus den Randbedingungen für $z = L$ und $\rho = R$ folgen und in Abhängigkeit der Parameter h/k , R und L numerisch bestimmt werden müssen:

$$\xi_i = x_i/R \quad , \quad 0 = \frac{hR}{k} J_0(x_i) - x_i J_1(x_i) \quad (2.14)$$

$$\lambda_j = x_j/L \quad , \quad 0 = 2 \cos x_j + \left(\frac{hL}{k x_j} - \frac{k x_j}{hL} \right) \sin x_j. \quad (2.15)$$

Es ist offensichtlich, daß für die Lösungen höherer Ordnung die Koeffizienten näherungsweise aus den äquidistanten Nullstellen der Besselfunktion bzw. der Sinusfunktion bestimmt werden können:

$$\frac{k \xi_i}{h} > 10 \Rightarrow J_1(\xi_i R) \approx 0 \Rightarrow \xi_i \approx \left(i + \frac{1}{4} \right) \frac{\pi}{R} \quad (2.16)$$

$$\frac{k \lambda_j}{h} > 10 \Rightarrow \sin(\lambda_j L) \approx 0 \Rightarrow \lambda_j \approx \frac{j \pi}{L}. \quad (2.17)$$

Die Lösungen für ξ_0 bzw. λ_0 werden hingegen wesentlich durch den Parameter hL/k bzw. hR/k bestimmt, wie in Abbildung 2.11 aus den Nullstellen der Graphen ersichtlich wird⁵. Nach einer genaueren Analyse zeigt sich, daß sich für $k/hL > 1$ in guter Näherung ergibt $\lambda_0 \approx \sqrt{\frac{2h}{kL}}$, und $\xi_0 \approx \sqrt{\frac{2h}{kR}}$ für $k/hR > 1$. Zur Vereinfachung der weiteren Rechnungen sollen die Abkühlkoeffizienten

$$\gamma_{i,j} := \kappa(\xi_i^2 + \lambda_j^2) \quad (2.18)$$

⁵Der Wert des Wärmekopplungskoeffizienten h , welcher Konvektions- und Wärmestrahlungsprozesse zusammenfaßt, ist für Glas-, Kunststoff- und Keramikmaterialien etwa $10^{-3} \text{ W/cm}^2 \text{ K}$, für metallische Oberflächen wegen der kleinen Emissivitäten deutlich geringer.

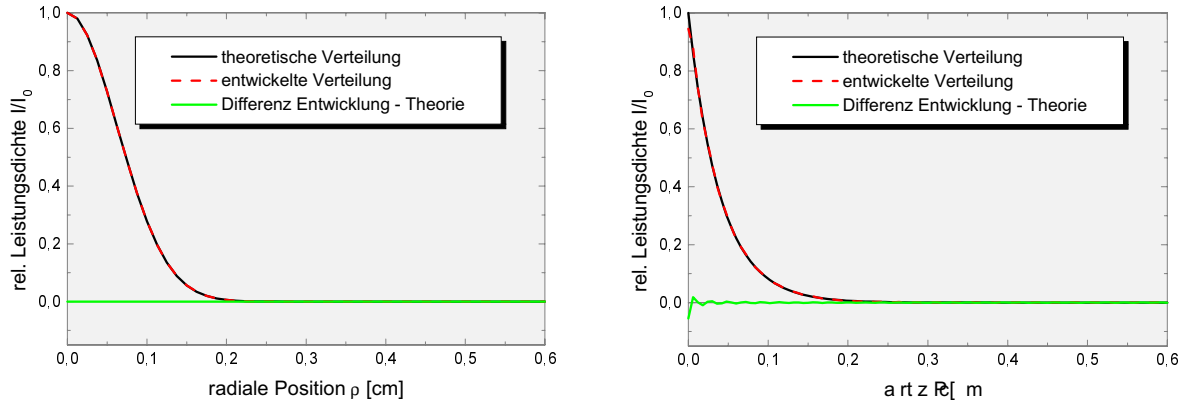


Abbildung 2.12: Simulation der absorbierten Leistungsdichteverteilung: links radialer Verlauf, rechts Verlauf in optischer Richtung

eingeführt werden. Als gute Abschätzung gemäß der bisherigen Betrachtungen gilt dann:

$$\gamma_{0,0} \approx \frac{2h}{\eta c_p} \left(\frac{1}{R} + \frac{1}{L} \right), \quad \gamma_{i>0,j>0} \approx \frac{k\pi^2}{\eta c_p} \left(\frac{(i+1/4)^2}{R^2} + \frac{j^2}{L^2} \right) \quad (2.19)$$

wobei der Fehler dieser Näherung am Beispiel einer 3 mm dicken Quarzprobe mit 25 mm Durchmesser für sämtliche Koeffizienten kleiner als 2% ist.

Berücksichtigung der Wärmequelle

Da die Besselfunktionen $J_0(\xi_i \rho)$ und die trigonometrischen Funktionen $\sin(\lambda_j z) + \frac{k\lambda_j}{h} \cos(\lambda_j z)$ jeweils vollständige Sätze orthogonaler Funktionen auf $[0, R]$ bzw. $[0, L]$ bilden, läßt sich der Heizterm $Q(\rho, z, t) = Q(\rho, z) (\Theta(t - t_1) - \Theta(t - t_2))$ (mit $\Theta(t)$: Stufenfunktion bzw. Heavisidefunktion) entwickeln

$$q_{i,j} = \frac{1}{N_{i,j}} \int_0^R \int_0^L dz d\rho \rho Q(\rho, z) J_0(\xi_i \rho) \left(\sin(\lambda_j z) + \frac{k\lambda_j}{h} \cos(\lambda_j z) \right) \quad (2.20)$$

$$\text{wobei } N_{i,j} = \underbrace{\int_0^R d\rho \rho J_0^2(\xi_i \rho)}_A \underbrace{\int_0^L dz \left(\sin(\lambda_j z) + \frac{k\lambda_j}{h} \cos(\lambda_j z) \right)^2}_B \quad (2.21)$$

$$\text{mit } A = \frac{R^2}{2} (J_0^2(\xi_i R) + J_1^2(\xi_i R)) = \frac{R^2}{2} J_0^2(\xi_i R) \left(1 + \frac{h^2}{\xi_i^2 k^2} \right)$$

$$\begin{aligned} \text{und } B &= \frac{k}{2h} \left(L\lambda_j^2 \frac{k}{h} + 2 + \frac{Lh}{k} + \cos(L\lambda_j) \sin(L\lambda_j) \left(\frac{k\lambda_j}{h} - \frac{h}{k\lambda_j} \right) - 2\cos^2(L\lambda_j) \right) \\ &= \frac{k}{h} + \frac{L}{2} \left(\lambda_j^2 \frac{k^2}{h^2} + 1 \right) . \end{aligned}$$

Zur Vereinfachung der Integrale A und B wurden dabei die Randbedingungsgleichungen 2.14 und 2.15 ausgenutzt. Im folgenden soll zur Lösung der inhomogenen Differentialgleichung

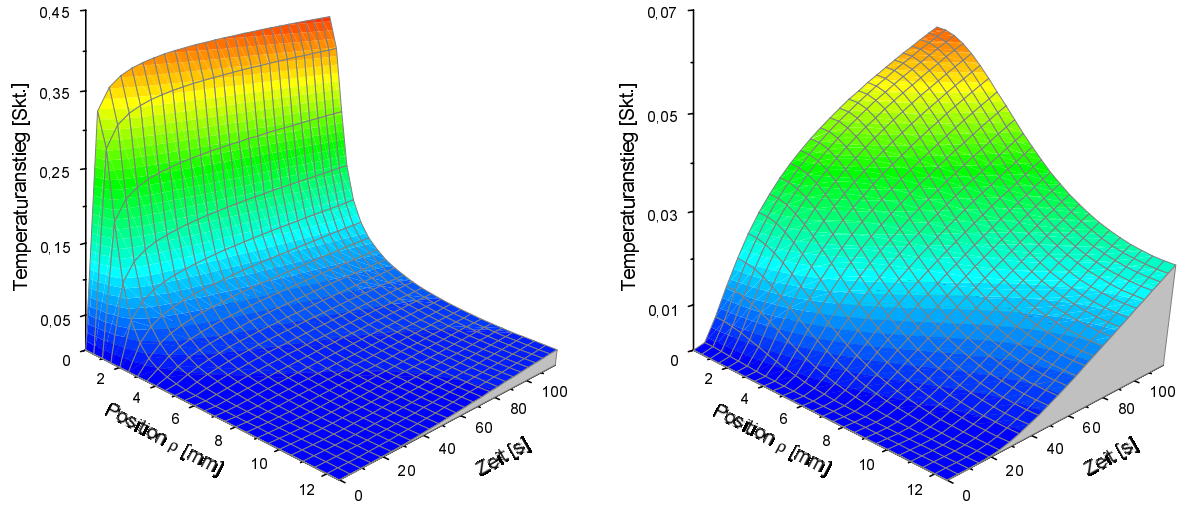


Abbildung 2.13: Simulation der ortsabhängigen Temperaturdynamik in ρ -Richtung: links auf Vorderseite $z = 0$, rechts Rückseite $z = L$

2.4 ein Ansatz mit verallgemeinerten, zeitabhängigen Entwicklungskoeffizienten $c_{i,j}(t)$ gemacht werden:

$$\vartheta(\rho, z, t) = \sum_{i,j} c_{i,j}(t) J_0(\xi_i \rho) \left(\sin(\lambda_j z) + \frac{k\lambda_j}{h} \cos(\lambda_j z) \right) e^{-\gamma_{i,j} t} \quad (2.22)$$

aus dem folgt

$$\begin{aligned} 0 &= \left(\partial_\rho^2 + \frac{1}{\rho} \partial_\rho + \partial_z^2 - \frac{1}{\kappa} \partial_t \right) \vartheta + Q/k \\ &= \sum_{i,j} \left(0 - \frac{1}{\kappa} \dot{c}_{i,j}(t) e^{-\gamma_{i,j} t} + \frac{q_{i,j}}{k} \right) J_0(\xi_i \rho) \sin(\lambda_j z) + \frac{k\lambda_j}{h} \cos(\lambda_j z) \\ &\Rightarrow c_{i,j}(t) = \frac{q_{i,j}}{\gamma_{i,j} \eta c_p} e^{\gamma_{i,j} t} + \text{const}(t). \end{aligned} \quad (2.23)$$

Somit ergibt sich, wenn zum Zeitpunkt t_1 die Probe homogen auf Kammertemperatur T_C ist und dann bis zum Zeitpunkt t_2 bestrahlt wird:

$$\begin{aligned} T(\rho, z, t) - T_0 &= \quad (2.24) \\ &= \begin{cases} 0 & t \leq t_1 \\ \sum_{i,j} \frac{q_{i,j}}{\gamma_{i,j} \eta c_p} J_0(\xi_i \rho) \left(\sin(\lambda_j z) + \frac{k\lambda_j}{h} \cos(\lambda_j z) \right) \left(1 - e^{-\gamma_{i,j}(t-t_1)} \right), & t_1 < t \leq t_2 \\ \sum_{i,j} \frac{q_{i,j}}{\gamma_{i,j} \eta c_p} J_0(\xi_i \rho) \left(\sin(\lambda_j z) + \frac{k\lambda_j}{h} \cos(\lambda_j z) \right) \left(1 - e^{-\gamma_{i,j}(t_2-t_1)} \right) e^{-\gamma_{i,j}(t-t_2)} & t_2 < t. \end{cases} \end{aligned}$$

Damit kann für eine beliebige radialsymmetrische Wärmequelle $Q(\rho, z)$ die resultierende, ortsabhängige Temperaturentwicklung in und auf der Probe analytisch berechnet werden.

Als Beispiel ist eine Wärmequelle $Q(\rho, z) = e^{-\frac{200\rho^2}{R^2} - \frac{15z}{L}}$ gemäß Gleichung 2.20 entwickelt worden (numerische Berechnung von $\xi_0 \dots \xi_{29}$, $\lambda_0 \dots \lambda_{55}$, Probenabmessung $025 \text{ mm} \times 6 \text{ mm}$).

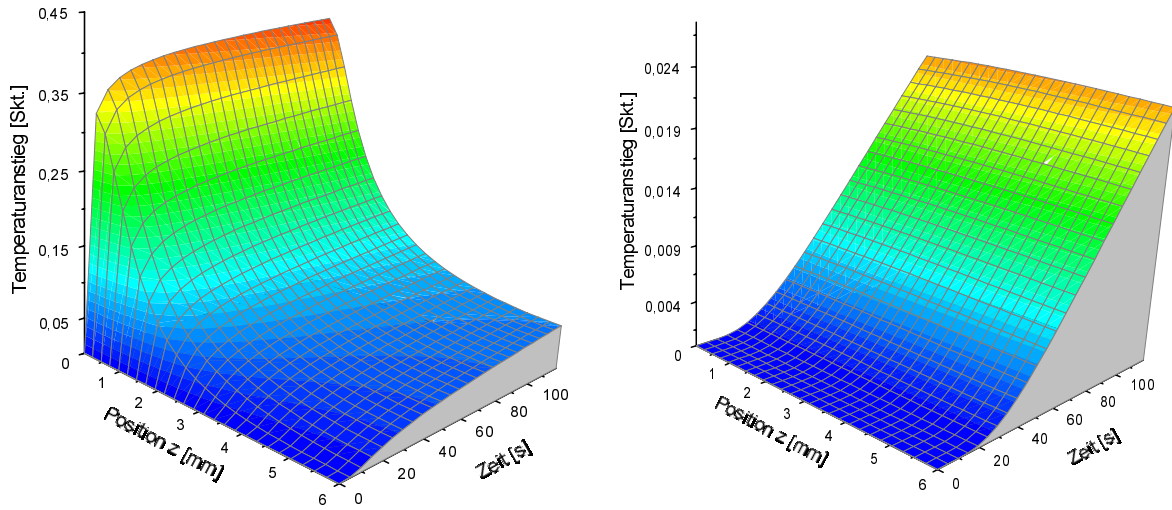


Abbildung 2.14: Simulation der ortsabhängigen Temperaturdynamik in z -Richtung: links im Probenzentrum $\rho = 0$, rechts am Rand $\rho = R$

Die Parameter beschreiben einen Strahl, der einen Durchmesser von 2.5 cm aufweist und bereits dicht an der Probenoberfläche absorbiert wird. Die Wärmequellenentwicklung $\tilde{Q}(\rho, z) = \sum_{i=0, j=0}^{29, 55} q_{ij} J_0(\xi_i \rho) \sin(\lambda_j z) + \frac{k \lambda_j}{h} \cos(\lambda_j z)$ ist in Abbildung 2.12 den theoretischen Verläufen gegenübergestellt, wobei die gute Übereinstimmung offensichtlich ist. Anhand dieser Daten wurde für eine BK7-Probe ($k = 0.011 \text{ W/cmK}$, $h = 0.001 \text{ W/cm}^2 \text{ K}$, $\eta = 2.51 \text{ g/cm}^3$, $c_p = 0.856 \text{ J/gK}$) der Verlauf der Temperaturdynamik während einer zweiminütigen Aufheizzeit simuliert. Die radiale und laterale Ortsabhängigkeit wird dargestellt in Abbildung 2.14 ($\vartheta(0, z, t)$, $\vartheta(R, z, t)$) und in Abbildung 2.13 ($\vartheta(\rho, 0, t)$, $\vartheta(\rho, L, t)$). Während im Probenzentrum eine drastische z -Abhängigkeit des Temperaturverlaufs feststellbar ist, so kann bei der weiter außen gelegenen Radialposition trotz der starken Wärmequellenasymmetrie in z -Richtung kaum noch zwischen den Vorder- und Rückseitentemperaturen unterschieden werden.

Näherung für dünne Proben

Viele Proben, deren Absorptionsgrad gemessen werden soll, sind hinreichend dünn, um den Temperaturgradienten in z -Richtung vernachlässigen zu können und eine eindimensionale Näherung zuzulassen, wobei zur Berücksichtigung der Abkühlung an der Vorder- und Rückseite der Probe die Randbedingungen für $z = 0$ und $z = L$ verwendet werden:

$$\begin{aligned} \vartheta(\rho, z, t) &\xrightarrow[kL \rightarrow 0]{} \vartheta(\rho, L/2, t) & (2.25) \\ \partial_z \vartheta(\rho, z, t) \Big|_{z=L/2} &\xrightarrow[kL \rightarrow 0]{} \frac{\partial_z \vartheta(\rho, z, t) \Big|_{z=L} - \partial_z \vartheta(\rho, z, t) \Big|_{z=0}}{L} \approx \frac{2h}{kL} \vartheta(\rho, t) \end{aligned}$$

so daß sich als vereinfachte Differentialgleichung aus (2.4) ergibt

$$\left(\partial_\rho^2 + \frac{1}{\rho} \partial_\rho - \frac{2h}{kl} - \frac{1}{\kappa} \partial_t \right) \vartheta = -\frac{Q(\rho)}{k} \quad (2.26)$$

die analog zum obigen Vorgehen gelöst werden kann mit dem Ergebnis

$$T(\rho, t) - T_0 = \begin{cases} 0 & t \leq t_1 \\ \sum_i \frac{q_i}{\gamma_i \eta c_p} J_0(\xi_i \rho) \left(1 - e^{-\gamma_i(t-t_1)}\right), & t_1 < t \leq t_2 \\ \sum_i \frac{q_i}{\gamma_i \eta c_p} J_0(\xi_i \rho) \left(1 - e^{-\gamma_i(t_2-t_1)}\right) e^{-\gamma_i(t-t_2)} & t_2 < t \end{cases} \quad (2.27)$$

wobei

$$\begin{aligned} \gamma_i &:= \kappa \xi_i^2 + \frac{2h}{\eta c_p L} \\ q_i &= \frac{1}{N_i} \int_0^R d\rho \rho Q(\rho) J_0(\xi_i \rho) \\ N_i &= \int_0^R d\rho \rho J_0^2(\xi_i \rho) = \frac{R^2}{2} (J_0^2(\xi_i R) + J_1^2(\xi_i R)) \end{aligned} \quad (2.28)$$

während $Q(\rho)$ nunmehr die pro Flächenelement eingekoppelte Wärmemenge bezeichnet.

Vereinfachung auf infinitesimalen Strahldurchmesser

Im Fall eines Gauß'schen Strahls als Wärmequelle läßt sich der Grenzwert der Entwicklungskoeffizienten q_i für einen unendlich kleinen Strahldurchmesser σ analytisch berechnen⁶ (mit a [cm^{-1}]: Absorptionskoeffizient)

$$\begin{aligned} q_i &= \lim_{\sigma \rightarrow 0} \frac{8aP}{\pi \sigma^2 N_i} \int_0^R d\rho \rho e^{-\frac{8\rho^2}{\sigma^2}} J_0(\xi_i \rho) \\ &= \lim_{\sigma \rightarrow 0} \frac{8aP}{\pi \sigma^2 N_i} \left(\left[\frac{\sigma^2}{16} e^{-\frac{8\rho^2}{\sigma^2}} J_0(\xi_i \rho) \right]_R^0 + \frac{\sigma^2}{16} \int_0^R d\rho \underbrace{e^{-\frac{8\rho^2}{\sigma^2}}}_{\rightarrow \sqrt{\pi/8}\sigma \delta(\rho)} \underbrace{J_1(\xi_i \rho)}_{=0, \rho=0} \right) \\ &= \frac{aP}{2\pi N_i} \left(1 + 0 \times \sqrt{\pi/8} J_1(0) \right) \end{aligned}$$

so daß sich nach Substitution von Absorptionsgrad $\alpha \approx aL$ und Masse $m = \eta\pi LR^2$ und Einsetzen in (2.27) ergibt:

$$T(\rho, t) - T_0 = \frac{\alpha P}{mc_p} \begin{cases} 0 & t \leq t_1 \\ \sum_i \frac{1}{\gamma_i} \frac{J_0(\xi_i \rho)}{J_0^2(R\xi_i) \left(\frac{h^2}{\xi_i^2 k^2} + 1\right)} \left(1 - e^{-\gamma_i(t-t_1)}\right), & t_1 < t \leq t_2 \\ \sum_i \frac{1}{\gamma_i} \frac{J_0(\xi_i \rho)}{J_0^2(R\xi_i) \left(\frac{h^2}{\xi_i^2 k^2} + 1\right)} \left(1 - e^{-\gamma_i(t_2-t_1)}\right) e^{-\gamma_i(t-t_2)} & t_2 < t \end{cases} \quad (2.29)$$

⁶mit $\int \delta(x) f(x) := f(0)$: Dirac'sche Deltafunktion[78, S. 128], z.B. $\delta(x) = \lim_{\epsilon \rightarrow 0} e^{-x^2/\epsilon^2} / (\epsilon\sqrt{\pi})$

Vereinfachung auf homogene Probertemperatur

Für Auswertung kalorimetrischer Daten genügt in vielen Fällen ein sehr simples Modell des Zusammenhangs zwischen der von der Probe absorbierten Laserleistung und der als homogen angenommenen Temperatur, welches Wärmeleitungsphänomene außer Acht läßt. Aus Gleichung 2.4 folgt dann wegen $\partial_z \vartheta(\rho, z, t) = 0 = \partial_\rho \vartheta(\rho, z, t)$ und unter Berücksichtigung der Oberflächenwärmeverluste $h(2\pi RL + 2\pi R^2) \vartheta$ mit $Q = \alpha P/V$

$$\begin{aligned} \partial_t \vartheta &= \frac{\kappa}{k} Q - \frac{h(2\pi RL + 2\pi R^2)}{mc_p} \vartheta \\ &= \frac{\alpha P}{mc_p} - \frac{h}{\eta c_p} \left(\frac{2}{R} + \frac{2}{L} \right) \vartheta =: \frac{\alpha P}{mc_p} - \gamma \vartheta \end{aligned} \quad (2.30)$$

mit der Lösung

$$T(t) - T_C = \frac{\alpha P}{\gamma mc_p} \begin{cases} 0 & , t \leq t_1 \\ 1 - e^{-\gamma(t-t_1)} & , t_1 < t < t_2 \\ \left(1 - e^{-\gamma(t_2-t_1)}\right) e^{-\gamma(t-t_2)} & , t > t_2. \end{cases} \quad (2.31)$$

Es zeigt sich, daß der eingeführte Verlustkoeffizient γ identisch ist mit dem genäherten Wert von $\gamma_{0,0}$ in Gleichung 2.19.

2.5.3 Ableitung von Auswerteverfahren

Unter Vernachlässigung von Wärmeleitungseinflüssen ist es möglich, basierend auf Gleichung 2.31 einige einfache Verfahren zur Bestimmung des Absorptionsgrads aus den kalorimetrischen Daten abzuleiten [74].

Exponentialverfahren

Bei bekannter mittlerer Laserleistung P und Wärmekapazität $\sum_i m_i c_{p,i}$ der erwärmten Körper (i.a. Probe und Probenhalter) kann der Absorptionsgrad direkt aus der gemessenen Temperaturkurve bestimmt werden. Hierzu können die Meßdaten an die Exponentialfunktionen $f_c(t) = A_h + B_h e^{-c_h t}$ im Aufheizintervall, $f_c(t) = A_c + B_c e^{-c_c t}$ im Abkühlintervall, angepaßt werden (siehe Abbildung 2.15), wobei der Absorptionsgrad α und der Abkühlkoeffizient aus den Fitparametern berechnet werden können:

$$\begin{aligned} \alpha &= \frac{A_h \gamma \sum_i m_i c_{p,i}}{P} \\ \gamma &= c_h. \end{aligned} \quad (2.32)$$

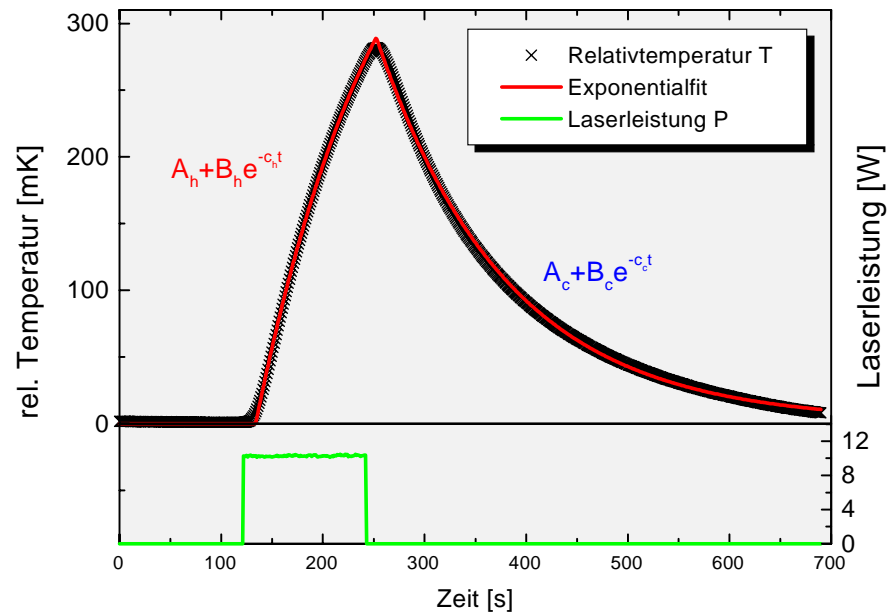


Abbildung 2.15: Auswertung kalorimetrischer Daten mit dem Exponentialverfahren

Darüber hinaus ist es möglich, die Konsistenz der Meßdaten mit dem zugrunde liegenden Temperaturmodell anhand der folgenden Äquivalenzen zu prüfen:

$$\begin{aligned}
 B_h &= A_h e^{c_h t_1} \\
 c_h &= c_c \\
 A_h + B_h e^{-c_h t_2} &= A_c + B_c e^{-c_c t_2} \\
 A_c &= 0 \\
 \gamma &\approx \frac{2h}{\eta c_p} \left(\frac{1}{R} + \frac{1}{L} \right)
 \end{aligned} \tag{2.33}$$

wobei die letzte Gleichung für den Fall gilt, daß der Beitrag des Probenhalters zum thermischen Verhalten der Probe vernachlässigt werden kann.

Eine praktisch gut geeignete Methode der Datenanpassung ist die lineare Regression der Temperaturableitung $\dot{\vartheta}(t_i)$ über den Temperaturdaten $\vartheta(t_i)$ nach dem Ansatz $f(t) = A + B e^{-ct} \Rightarrow \dot{f}(t) = BcA - Bc f(t) =: D + E f$

$$\min(D, E) = \sum_i \left(D + E \vartheta_i - \frac{\vartheta_{i+1} - \vartheta_{i-1}}{2\Delta t} \right)^2 \Rightarrow \tag{2.34}$$

$$0 = \sum_i \left(D + E \vartheta_i - \frac{\vartheta_{i+1} - \vartheta_{i-1}}{2\Delta t} \right) \vartheta_i \tag{2.35}$$

$$0 = \sum_i \left(D + E \vartheta_i - \frac{\vartheta_{i+1} - \vartheta_{i-1}}{2\Delta t} \right)$$

mit Δt : zeitlicher Abstand zweier Meßpunkte. Aus den Lösungen des Gleichungssystems

für D, E ergibt sich dann

$$f(t) = A + Be^{-ct} \quad (2.36)$$

mit $c = -E$ und $A = -D/E$

und schließlich ergibt sich für den Fit auf dem Aufheizintervall der Absorptionsgrad direkt aus dem Fitparameter D

$$\alpha = D \frac{\sum_i m_i c_{p,i}}{P}. \quad (2.37)$$

Puls- bzw. Extrapolationsverfahren

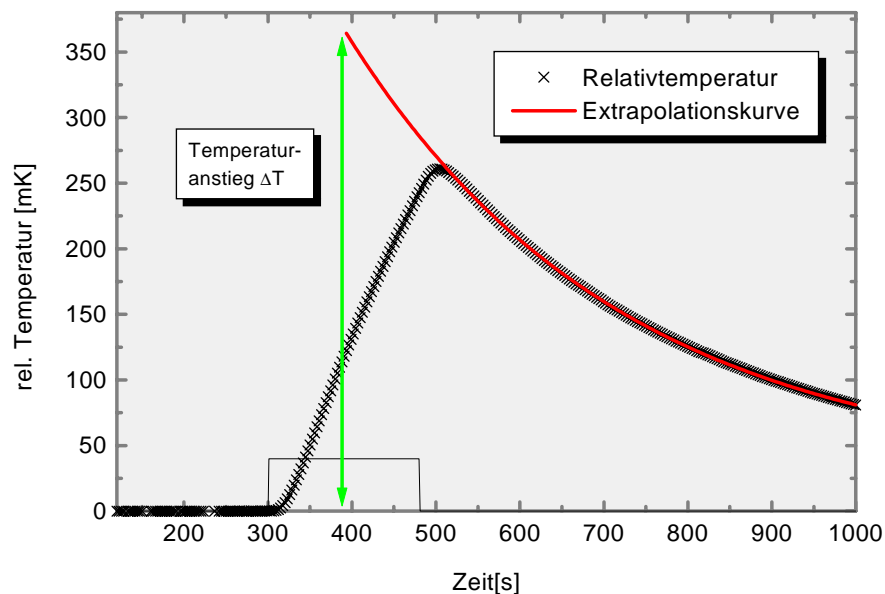


Abbildung 2.16: Auswertung kalorimetrischer Daten mit dem Pulsverfahren

Eine weitere Möglichkeit der Auswertung, welche sich besonders anbietet, wenn aufgrund einer kurzen Bestrahlungsdauer nur wenig Meßpunkte im Aufheizintervall verfügbar sind, ist die sogenannte Pulsmethode. Dabei wird angenommen, daß die insgesamt absorbierte Energie $Pt_B = P(t_2 - t_1)$ instantan zum Zeitpunkt $t_P = t_1 + t_B/2$ eingekoppelt worden wäre und dabei eine Erwärmung $\Delta T = \frac{\alpha Pt_B}{\sum_i m_i c_{p,i}}$ bewirkt hätte. Der Wert ΔT kann dabei durch Rückextrapolation der gemessenen Abkühlungskurve auf den Zeitpunkt t_P bestimmt werden (siehe Abbildung 2.16). Dieses Vorgehen ist als Standardauswertemethode in ISO 11551 vorgesehen, siehe Abschnitt 2.3.

Nach dem Temperaturmodell in Gleichung 2.31 läßt sich die Extrapolation beschreiben als

$$\begin{aligned}
 \Delta T &= \frac{\alpha P}{\gamma \sum_i m_i c_{p,i}} \left(1 - e^{-\gamma(t_2 - t_1)} \right) e^{-\gamma(t_p - t_2)} \\
 &= \frac{\alpha P}{\gamma \sum_i m_i c_{p,i}} \left(e^{\gamma t_B/2} - e^{-\gamma t_B/2} \right) \\
 &= \frac{2\alpha P}{\gamma \sum_i m_i c_{p,i}} \sinh\left(\frac{\gamma t_B}{2}\right) \\
 &\approx \frac{\alpha P t_B}{\sum_i m_i c_{p,i}} \left(1 + \frac{\gamma^2 t_B^2}{24} \right)
 \end{aligned} \tag{2.38}$$

wobei deutlich wird, daß nur für kleine Produkte aus Abkühlverlustkoeffizient und Bestrahlungsdauer ($\gamma t_B \ll 1$) der Ansatz instantaner Energieeinkopplung eine akzeptable Näherung darstellt. Wenn hingegen beispielsweise eine dünne Quarzprobe ($\emptyset 25 \text{ mm} \times 1 \text{ mm}$) für zwei Minuten bestrahlt wird, so ergibt die nullte Näherung der Sinushyperbolicusfunktion, welche dem Pulsverfahren zugrunde liegt, bereits einen Fehler von ca. 10%.

Steigungsverfahren

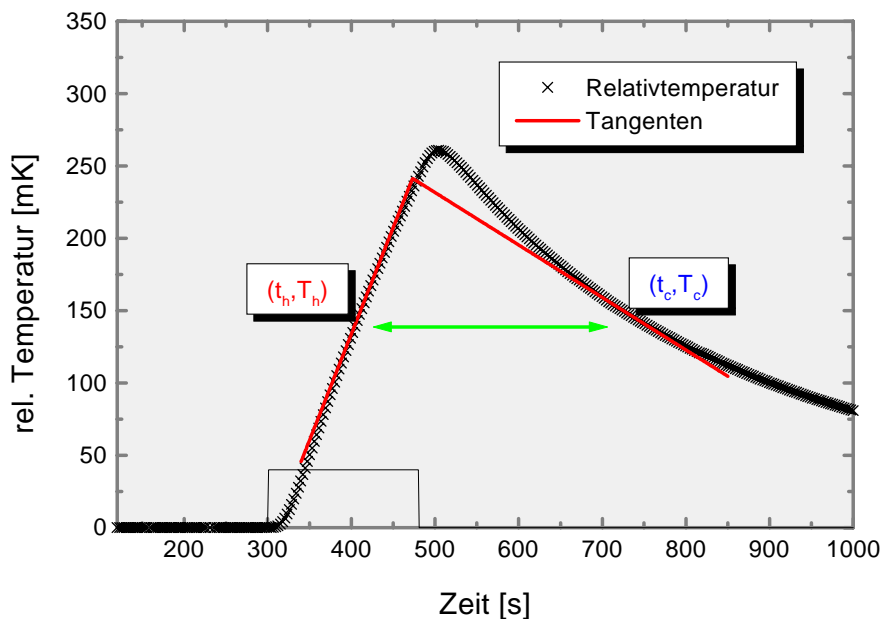


Abbildung 2.17: Auswertung kalorimetrischer Daten mit dem Steigungsverfahren

Eine weitere Möglichkeit der Datenreduktion, welche insbesondere im Fall geringer Abkühlungsverluste interessant ist, ist das Steigungsverfahren. Es wird in ISO 11551 für solche Fälle, bei denen die erzielbare Probenerwärmung gering ist, zur Auswertung der Meßdaten empfohlen. Dabei wird an einem Punkt (t_h, T_h) der Aufheizkurve die Tangentensteigung berechnet, ebenso wie an jenem Punkt (t_c, T_c) der Abkühlkurve, bei welchem die Temperatur auf den Wert T_h zurückgegangen ist. Nach Gleichung 2.31 gilt dann für die Differenz der

Steigungen

$$\begin{aligned} \left. \frac{dT}{dt} \right|_{t=t_h} - \left. \frac{dT}{dt} \right|_{t=t_c} &= \frac{\alpha P}{\sum_i m_i c_{p,i}} \left(e^{-\gamma(t_h-t_1)} + \underbrace{e^{-\gamma(t_c-t_2)} \left(1 - e^{-\gamma(t_2-t_1)} \right)}_{= 1 - e^{-\gamma(t_h-t_1)}} \right) \\ &= \frac{\alpha P}{\sum_i m_i c_{p,i}} \end{aligned} \quad (2.39)$$

woraus sich die in ISO 11551 aufgestellte Gleichung 2.2 zur Auswertung mit dem Steigungsverfahren ergibt.

Responseverfahren

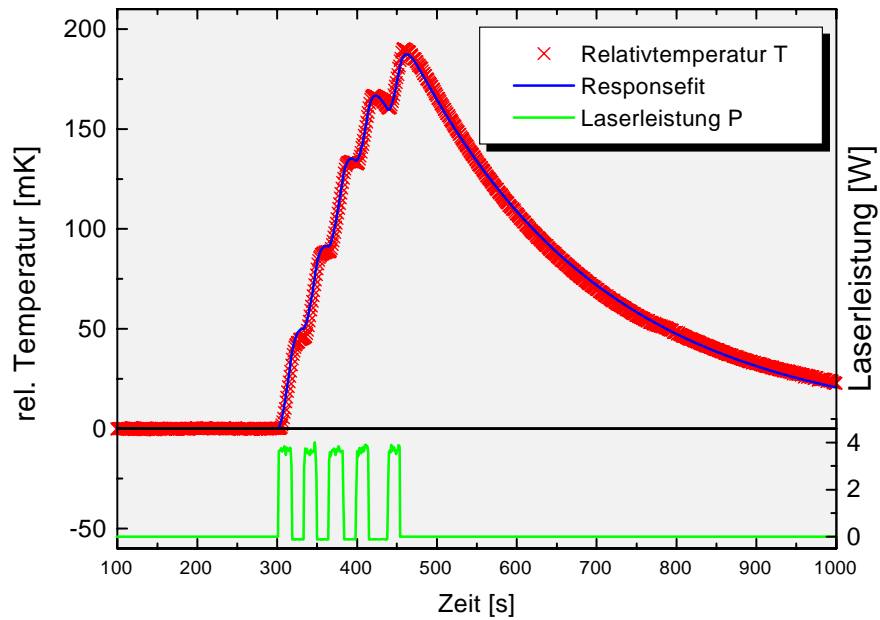


Abbildung 2.18: Auswertung kalorimetrischer Daten mit dem Responseverfahren

Bei den bisher angeführten Auswertemethoden war eine wesentliche Grundannahme die kontinuierliche Bestrahlung mit der konstanten Leistung P im Bestrahlungszeitraum gewesen. Im folgenden soll der Fall einer beliebigen zeitabhängigen Bestrahlungsleistung $P(t)$ untersucht werden. Unter der Annahme einer homogenen Proben temperatur folgt aus Gleichung 2.30 [34]

$$\partial_t \vartheta = \frac{\alpha P(t)}{\sum_i m_i c_{p,i}} - \gamma \vartheta \quad (2.40)$$

mit der Lösung

$$\vartheta(t) = (h \otimes \alpha P)(t) = \alpha \int_0^\infty dt' h(t') P(t-t') \quad (2.41)$$

mit der Responsefunktion $h(t) := \frac{e^{-\gamma t}}{\sum_i m_i c_{p,i}}$, $t > 0$, sonst 0

wobei die Responsefunktion die Temperaturantwort auf eine δ -Funktions-förmigen Leistungspuls beschreibt. Bei bekanntem Abkühlkoeffizienten γ (welcher aus der Abkühlkurve bestimmt werden kann) kann aus der gemessenen Leistungskurve das Faltungsintegral $(h \otimes P)(t)$ berechnet werden. Der Absorptionsgrad α ergibt sich dann numerisch durch Minimierungsanpassung von $\sum_i (\vartheta_1(t_i) - \alpha (h \otimes P)(t_i))^2$.

Um dieses Verfahren auch für Messungen mit einer wärmeleitungsbedingten Aufheizverzögerung anwenden zu können, ist es sinnvoll, eine geeignet modifizierte Responsefunktion einzusetzen. Wegen der notwendigen Berechnung des Faltungsintegrals ist die Responsemethode zwar mit dem relativ größten Rechenaufwand verbunden, mit heutigen PCs aber in Sekundenbruchteilen durchführbar.

Diskussion der Auswerteverfahren

Für die Bestimmung des Absorptionsgrads aus laserkalorimetrischen Meßdaten wurden vier Verfahrensansätze vorgestellt, die alle auf der Annahme einer homogenen Proben temperatur fußen. Bei der Abwägung der Methoden sind die folgenden Gesichtspunkte zu untersuchen:

1. Wie groß ist Präzision und die statistische Sicherheit der Ergebnisse und wie hoch ist dabei der rechnerische Aufwand ?
2. Welchen Einfluß haben Wärmeleitungseffekte auf die Auswertungsergebnisse ?
3. Welche Bestrahlungsdauern und Meßzeiträume sind vorteilhaft für eine exakte Bestimmung des Absorptionsgrads ?
4. Welchen Einfluß haben Signalstörungen auf die Auswertungsergebnisse ?

Was die statistische Sicherheit der Datenauswertung anbelangt, sind sicher solche Auswerteverfahren vorteilhaft, welche die größtmögliche Informationsmenge berücksichtigen. Während das Exponentialverfahren alle Temperaturmeßpunkte ab Beginn der Aufheizung auswertet, und das Responseverfahren darüber hinaus auch die Leistungsmeßkurve explizit berücksichtigt, beschränkt sich das Steigungsverfahren auf zwei enge Kurvenbereiche und das Pulsverfahren auf jene Datenpunkte nach Ende der Laserbestrahlung. Weiterhin gilt, daß die Ergebnisse des Steigungs- und Pulsverfahrens prinzipiell als Teilinformation der Exponentialauswertung verfügbar sind.

Ein Vorteil dieser beiden, in ISO 11551 benannten Verfahren liegt allerdings in der sehr simplen Durchführung. In den folgenden Abschnitten sollen die aufgeworfenen Fragen detailliert untersucht werden.

2.5.4 Berücksichtigung von Wärmeleitungseffekten

Die Geschwindigkeit, mit der sich eine Temperaturerhöhung in einem Medium ausbreiten kann, wird durch die Größe der thermischen Diffusivität $\kappa = k/\rho c_p$ [m^2/s] (mit k Wärmeleitfähigkeit, ρ Massendichte, c_p spezifische Wärmekapazität) beschrieben. Die bisher

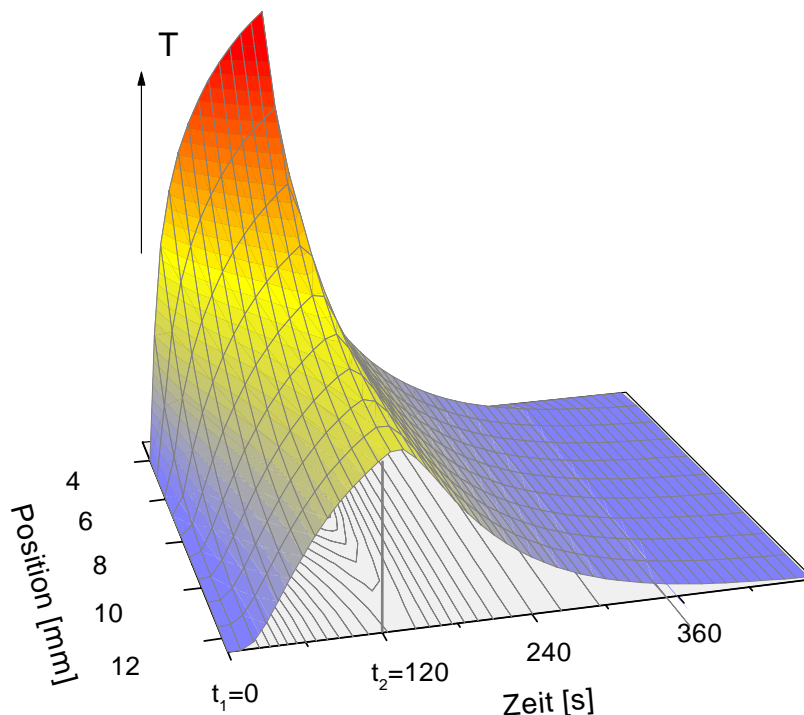


Abbildung 2.19: Einfluß der Meßfühlerposition auf den Temperatursignalverlauf; Simulation einer BK7-Probe, 1 mm dick, Bestrahlungsdauer 120s

diskutierten Verfahren zur Auswertung des Absorptionsgrads aus den kalorimetrischen Daten vernachlässigen die endliche Ausbreitungsgeschwindigkeit der absorptiv eingekoppelten Wärme und beruhen auf der vereinfachenden Annahme, daß die untersuchten Proben eine hohe Diffusivität besitzen und die Temperatur der Proben zu allen Zeiten als ortsunabhängig genähert werden kann.

Während die typischen Substratmaterialien für die Verwendung im fernen infraroten Spektralbereich diese Näherung gut erfüllen (z.B. Aluminium, Kupfer, Germanium, Silizium, Zinkselenid), gilt dies für viele UV- VIS- und NIR-Optikmaterialien nicht. Dies bewirkt während der Bestrahlung mit dem Laser die Ausbildung eines räumlichen Temperaturprofils auf der Probe, welches eine drastische Abhängigkeit des zeitlichen Signalverlaufs vom Ort des Temperaturfühlers verursachen kann. Für das Beispiel einer dünnen BK7-Probe (Wärmeleitfähigkeit $k = 11.3 \text{ mW/cmK}$, $\rho c = 2.13 \text{ J/cm}^3 \text{ K}$, $\alpha = 100\%$) und einer zweiminütigen Bestrahlung mit einem Gauß'schen Laserstrahl infinitesimal kleinen Durchmessers wurde der ortsabhängige Temperaturverlauf nach Gleichung 2.29 berechnet und ist in Abbildung 2.19 dargestellt.

Wertet man diese simulierten Daten an unterschiedlichen Meßorten aus, so ergeben sich voneinander abweichende Absorptionsgrade. Dies ist in Abbildung 2.20 dokumentiert, wobei Simulationen für unterschiedliche Diffusivitäten zugrunde gelegt wurden (Beispiele für Diffusivitäten wichtiger Optikmaterialien siehe in Tabelle 2.3) Es zeigt sich, daß bei geeigneter Wahl der Temperaturfühlerposition der Einfluß der Wärmeleitfähigkeit auf das Meßergebnis nahezu vernachlässigbar ist. Für die Meßgeometrie im berechneten Beispiel beträgt der ideale Abstand des Detektors von der Probenmitte ca. 7 mm. Dies wird in Abbildung 2.21

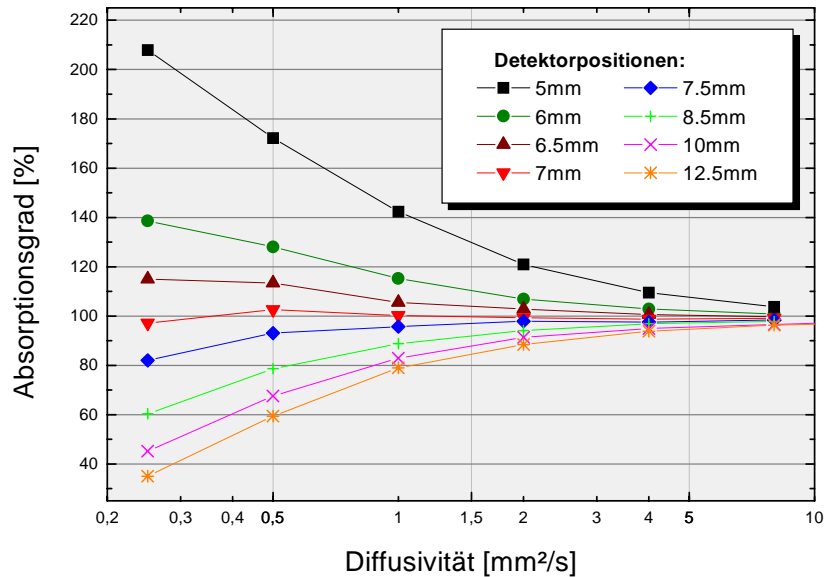


Abbildung 2.20: Einfluß von Probenort und Wärmeleitfähigkeit auf den berechneten Absorptionsgrad (Exponentialverfahren, Probenabmessungen $\varnothing 25 \text{ mm} \times 1 \text{ mm}$)

noch besser veranschaulicht (Simulationen nach Gleichung 2.24, Wärmequellenprofil wie in Abbildung 2.12, Seite 24), wo der radiale Temperaturverlauf nach einer zweiminütigen Aufheizphase für unterschiedliche Probendiffusivitäten dargestellt wird. Offensichtlich ist die Abhängigkeit des Temperaturwerts von der Diffusivität für die untersuchte Probengeometrie im Bereich $6.7 \text{ mm} \dots 7 \text{ mm}$, wo sich die unterschiedlichen Kurve schneiden, minimal.

Für Meßgeometrien, bei denen die Temperatur nicht an einem für die Unterdrückung von

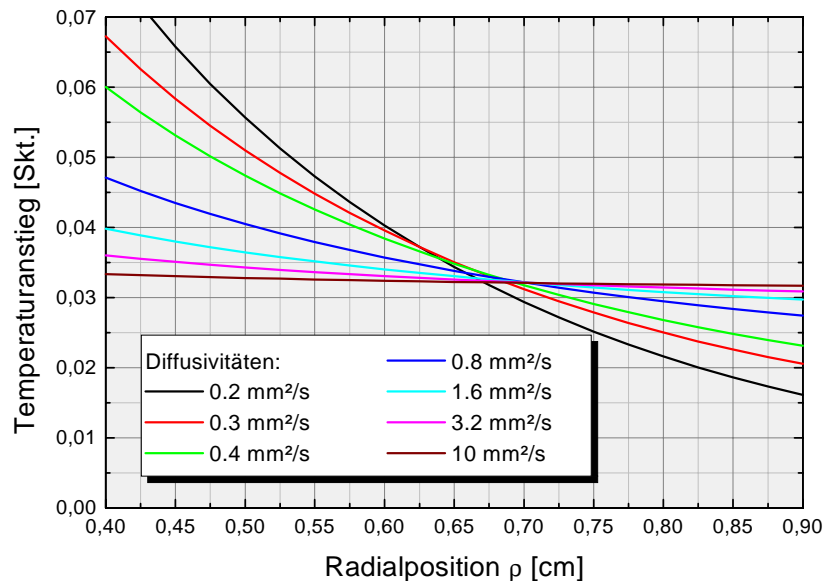


Abbildung 2.21: Einfluß der Diffusivität auf das radiale Temperaturprofil, Probenabmessungen $\varnothing 25 \text{ mm} \times 3 \text{ mm}$, Meßzeitpunkt nach zweiminütiger Bestrahlung

Material	η [gcm^{-3}]	c_p [J/gK]	k [mW/cmK]	κ [mm^2/s]
SF2	3.86	0.5	7.3	0.38
BK7	2.51	0.85	11.3	0.53
Quarz	2.2	0.75	13.8	0.84
CaF ₂	3.18	0.854	100	3.7
Aluminium	2.6	0.879	204	8.9
ZnSe	5.42	0.339	190	10
Kupfer	8.8	0.394	384	11
trockene Luft	0.00129	1	0.245	19

Tabelle 2.3: Thermophysikalische Eigenschaften wichtiger Optikmaterialien

Wärmeleitungseffekten optimierten Ort gemessen wird, kann der Einfluß der Wärmeleitung auf andere Weise gemindert werden. Dabei wird ausgenutzt, daß nach Ende der Laserbestrahlung durch Wärmeleitung eine Homogenisierung der Probentemperatur einsetzt. Am Beispiel einer BK7-Probe ($\emptyset 25 \text{ mm} \times 6 \text{ mm}$) wurden die räumlichen Temperaturprofile 0s, 30s und 60s nach Ende einer zweiminütigen Laserbestrahlung nach Gleichung 2.27 simuliert und in Abbildung 2.22 dargestellt. Es zeigt sich, daß die Probe eingangs einen enorm steilen Temperaturgradienten aufweist mit einer Temperatur im Zentrum der Bestrahlung, welche ca. zwanzigfach höher als am Probenrand ist. Dreißig Sekunden nach der Bestrahlung ist die Maximaltemperatur nur noch 50% höher als die Randtemperatur, und nach einer Minute ist die Temperaturverteilung auf der Probe bereits nahezu homogen. Es ist ein naheliegender Ansatz, die Auswertung der Meßdaten auf jenen Zeitraum zu beschränken, in welchem eine weitgehende Gleichverteilung der absorbierten Wärme in der Probe stattgefunden hat. In diesem Bereich kann dann mittels der Pulsmethode oder einer Exponentialanalyse die Ermittlung des Absorptionsgrads erfolgen.

In Abbildung 2.23 sind für Proben der Abmessungen $\emptyset 25 \text{ mm} \times 3 \text{ mm}$ simulierte Temperaturverläufe 7 mm von der Probenmitte und am Probenrand für unterschiedliche Diffusivitäten dargestellt. Es ist offensichtlich, daß die zeitliche Verzögerung, mit der sich die theoretischen Temperaturverläufe nach der Bestrahlung dem idealen Verlauf einer höchstwärmeleitenden

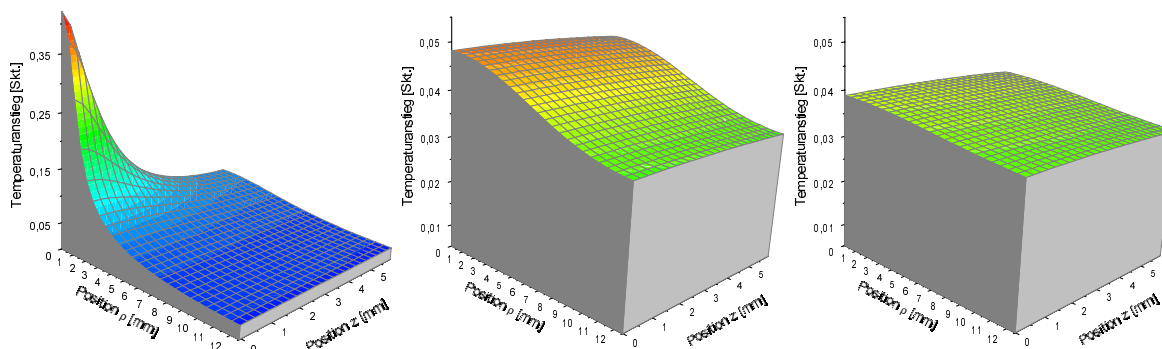


Abbildung 2.22: Simulation des Temperaturprofils auf der Probe. Von links nach rechts: 0s, 30s, und 60s nach Ende einer zweiminütigen Bestrahlung. Probe: BK7, $\emptyset 25 \text{ mm} \times 6 \text{ mm}$; man beachte die unterschiedlichen Skalen der Temperaturachse !

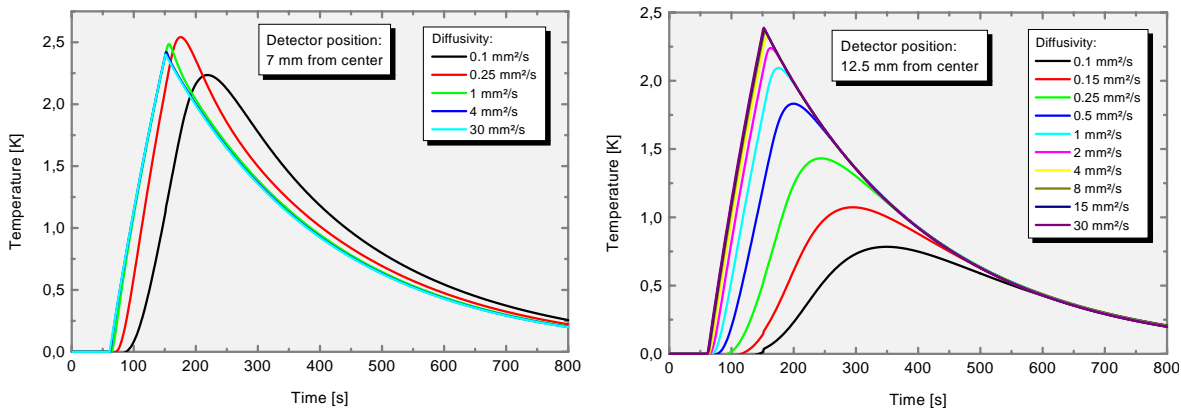


Abbildung 2.23: Simulation des Temperaturverlaufs am Probenrand für unterschiedliche Diffusivitäten (Probendurchmesser 25 mm). Links: Messung bei Radialposition $\rho = 7$ mm; rechts: Randposition $\rho = 12.5$ mm

Probe nähern, mit abnehmender Diffusivität wächst. Weiterhin gilt, daß diese Verzögerungen quadratisch mit den Probenabmessungen skaliert, d.h. daß eine Verdopplung des Probendurchmessers etwa eine Vervierfachung der erforderlichen Zeit zur Temperaturhomogenisierung bewirkt. Eine grobe Abschätzung dieser Verzögerungszeit τ kann aus dem Quotient von maximaler Probenabmessung D und Probendiffusivität κ gewonnen werden mit $\tau \approx \frac{D^2}{10\kappa}$.

Bei geringen Wärmeleitfähigkeiten hat das Abwarten des Temperatursausgleichs einen erheblichen Nachteil: Während dieser Verzögerungszeit gibt die Probe bereits einen Teil der absorbierten Wärme ab (Konvektions- und Strahlungsverluste), so daß sich das auszuwertenden Signals erheblich verringert, was effektiv die Meßempfindlichkeit beeinflusst. Darüber hinaus ist zu berücksichtigen, daß Signalfluktuationen, welche bei realen Messungen nicht auszuschließen sind, eine mit zunehmender Meßdauer wachsende Meßunsicherheit bewirken.

Aus diesem Grund ist im Fall gering absorbierender Proben, deren Absorptionsanalyse hohe Anforderungen an die Empfindlichkeit der Apparatur stellt, eine Temperaturmessung an einem hinsichtlich der Wärmeleitungsprozesse optimierten Ort vorteilhaft. Geeignete Kalibrierungsmessungen zur Überprüfung der Meßgeometrie sind dabei empfehlenswert und werden in Abschnitt 2.6.5 diskutiert.

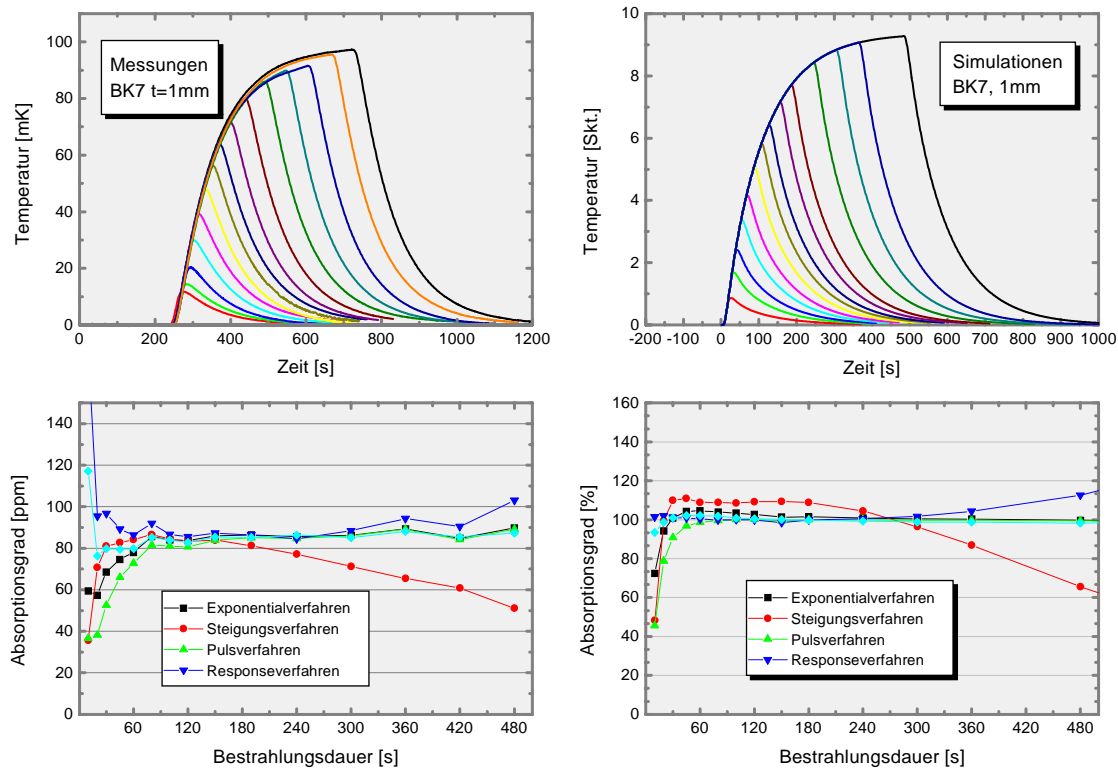


Abbildung 2.24: Temperaturverläufe und entsprechende Absorptionsgrade für ein 1 mm dickes BK7-Substrat, bei verschiedenen Bestrahlungsdauern (simuliert und gemessen)

Einfluß der Bestrahlungsdauer

In der Norm zur Messung des Absorptionsgrads wird in der Anleitung zur Versuchsdurchführung empfohlen, eine Bestrahlungsdauer zwischen einer halben und drei Minuten zu wählen und die Auswertung mit der Pulsmethode durchzuführen. In einer Anmerkung wird hingegen der Bereich 5...150s als besonders geeignet für präzise Messungen hervorgehoben. Die Bestrahlungsdauer soll, laut dieser Anmerkung, dabei in einem Bereich gewählt werden, wo keine Variation des Absorptionsgrads mit der Bestrahlungszeit vorliegt. Für Messungen, welche lediglich geringe Probenerwärmungen bewirken können, sind wiederum andere Bestrahlungsdauern zulässig, die dann auch mittels des Steigungsverfahrens ausgewertet werden können. Die Meßvorschrift erweist sich insgesamt als etwas unübersichtlich hinsichtlich der Frage nach der optimalen Dauer der Lasereinwirkung auf die Meßprobe.

Auf der Basis von Gleichung 2.29 wurden Simulationen des Temperaturmeßsignals in Abhängigkeit von dem Zeitraum der Laserbestrahlung für eine Serie von Meßproben durchgeführt. Verwendet wurden dazu die Parameter von in der Laseroptik häufig eingesetzten BK7-Substraten (25 mm Durchmesser, Dicken 1.1 mm, 3 mm, 6.3 mm) unter der Annahme eines willkürlich festgelegten Absorptionsgrads. Parallel dazu wurden reale Messungen an unbeschichteten BK7-Proben dieser Abmessungen durchgeführt. Der Abstand des Temperaturdetektors betrug in den Simulationen wie im Experiment 7 mm vom Probenzentrum. Die dabei entstandenen theoretischen und gemessenen Temperaturkurven wurden mit den Methoden zur Auswertung kalorimetrischer Daten untersucht, so daß die theoretisch zugrunde

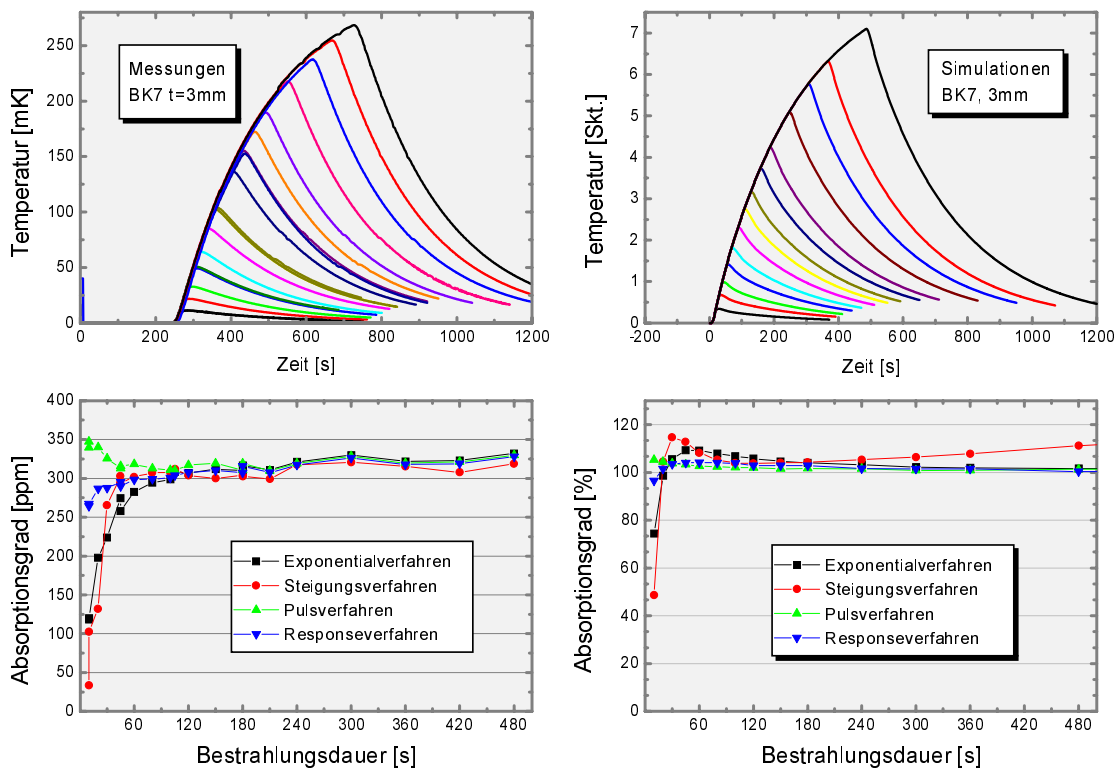


Abbildung 2.25: Temperaturverläufe und entsprechende Absorptionsgrade für ein 3 mm dickes BK7-Substrat, bei verschiedenen Bestrahlungsdauern (simuliert und gemessen)

liegende Absorption mit den ermittelten Absorptionswerten verglichen werden können. Bei der Anwendung der Pulsmethode wurde, abweichend von der Vorschrift in ISO 11551, die aus Gleichung 2.38 abzuleitende Korrektur bei der Absorptionsgradberechnung berücksichtigt.

In der Abbildung 2.24 sind die Ergebnisse für die 1 mm dicke Probe dargestellt. Es zeigt sich eine gute Übereinstimmung von simulierten und gemessenen Daten. In beiden Fällen ist für Bestrahlungsdauern kleiner 90 s und größer 4 min eine erhebliche Divergenz der Auswertungsergebnisse feststellbar. Bestrahlungszeiten im Bereich 120 s bis 150 s scheinen hier die optimale Wahl zu sein. Abbildung 2.25 beinhaltet die äquivalenten Daten für die 3 mm dicken Proben mit einer ebenfalls guten Übereinstimmung der theoretischen und praktischen Kurven. Während sich auch hier die Divergenz der unterschiedlich ausgewerteten Absorptionsgrade für kleine Bestrahlungsdauern zeigt, ist die Abweichung der Ergebnisse für längere Bestrahlungszeiten weniger signifikant als bei dünneren Proben. Für die 6.3 mm dicke Probe sind die Ergebnisse schließlich in Abbildung 2.26 dargestellt. Hier ist selbst bei Meßdauern von zehn Minuten noch keine Divergenz der Auswertergebnisse feststellbar.

Zusammenfassend ist festzustellen, daß Bestrahlungsdauern zwischen 120 s und 150 s, (für dicke Proben auch länger) eine gute Übereinstimmung der unterschiedlich ausgewerteten Absorptionsgrade ergeben und somit zuverlässige Messungen erlauben. Die erhebliche Divergenz der Verfahren bei kurzen Bestrahlungszeiten erklärt sich vorrangig durch die Tatsache, daß die untersuchte Probe eine geringe Wärmeleitfähigkeit aufweisen, die sich u.a.

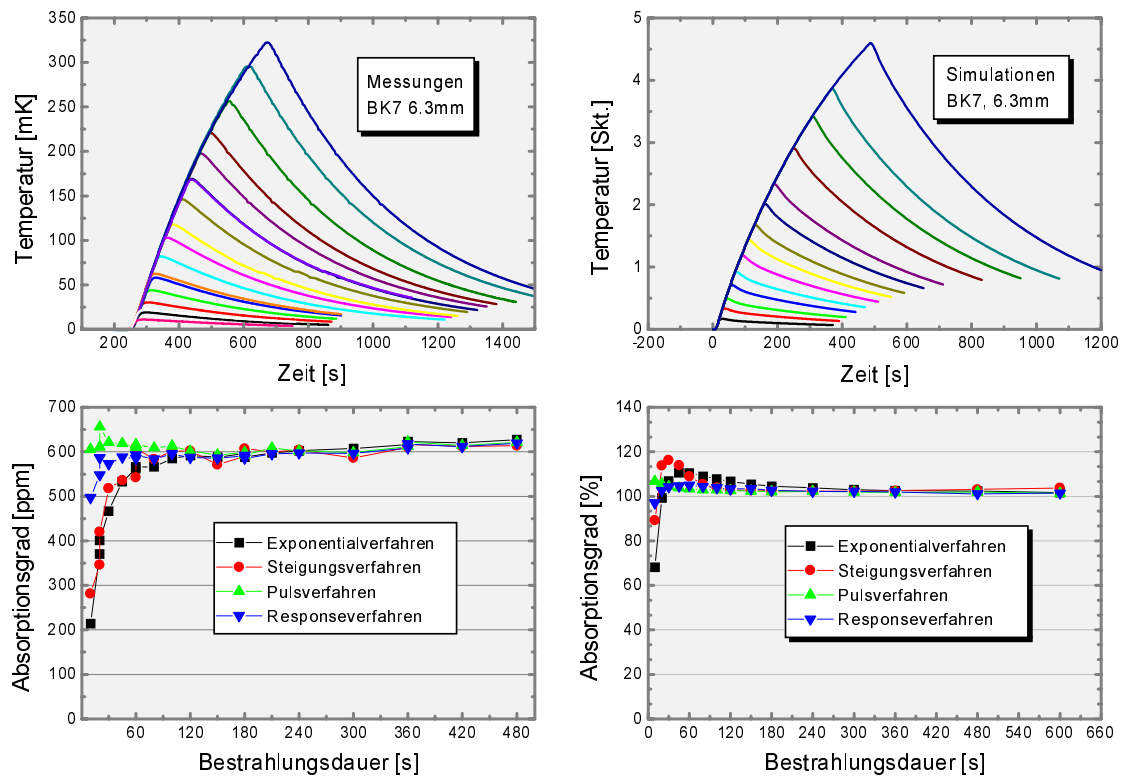


Abbildung 2.26: Temperaturverläufe und entsprechende Absorptionsgrade für ein 6 mm dickes BK7-Substrat, bei verschiedenen Bestrahlungsdauern (simuliert und gemessen)

in einer Verzögerung des Temperaturanstiegs zu Beginn der Bestrahlung auswirkt. Dieser Effekt ist auch in [Abbildung 2.23](#) auf Seite [37](#) sehr deutlich erkennbar. Für Proben mit hoher Leitfähigkeit sind hingegen auch kürzere Aufheizzeiten wählbar, insofern dabei eine hinreichende Probenerwärmung sichergestellt wird.

2.6 Optimierung des Meßverfahrens

Bei der vorangegangenen Diskussion der Praktikabilität der in ISO 11551 beschriebenen Meßmethode für die Charakterisierung von Laseroptiken im UV- VIS- und NIR-Spektralbereich ergaben sich neben den erörterten Fragestellungen zu den Wärmeleitungseinflüssen und Auswerteverfahren zwei weitere wesentliche Problemfelder, die eher praktischer Natur sind. Dabei handelt es sich um die Empfindlichkeit der Apparatur und der Einfluß unterschiedlicher Störeinflüsse auf das Meßergebnis. Diese Aspekte sollen im folgenden untersucht werden mit dem Ziel, Ansätze zur Optimierung der Meßapparaturen und -verfahren aufzuzeigen. Die somit erreichbare Präzision und Empfindlichkeit laserkalorimetrischer Absorptionsgradmessungen soll abgeschätzt und an praktischen Beispielen demonstriert werden.

2.6.1 Empfindlichkeit

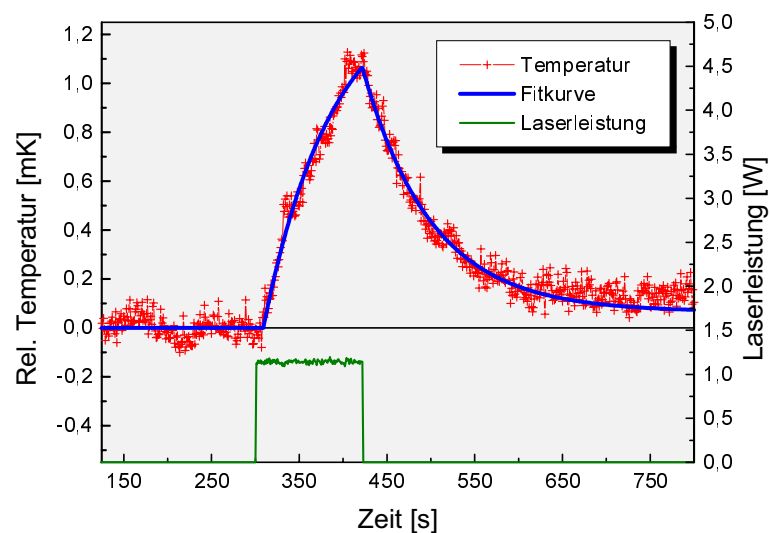


Abbildung 2.27: Beispiel einer Absorptionsgradmessung mit geringem Temperaturanstieg

Wie im vorangehenden Text erwähnt wurde, können durch die durch Absorption eingestrahelter Laserleistung bewirkten Temperaturerhöhungen in vielen Fällen lediglich wenige Millikelvin betragen. Ein Beispiel für eine Meßkurve mit einem solchen geringen Temperaturanstieg ist in [Abbildung 2.27](#) zu finden (Messung an einer dünnen, unbeschichteten Quarzprobe bei 532nm). Die in der Norm beispielhaft aufgeführten Pt100-Temperaturfühler sind für die Auflösung derart kleiner Signale praktisch kaum geeignet. Sie können allerdings dazu verwendet werden, um andere, empfindlichere Temperaturdetektoren präzise zu kalibrieren. Hier haben sich insbesondere Thermistoren mit negativen Temperaturkoeffizienten (sogenannte NTCs) als gut geeignet erwiesen. Sie weisen eine sehr große Temperaturempfindlichkeit auf, und die Nichtlinearität des Temperatur-Widerstandsverhältnisses ($R(T) \approx R(T_0)e^{\beta(1/T-1/T_0)}$) kann mittels einfacher Linearisierungsschaltungen kompensiert werden.

Von der Durchführung der Messung im Vakuum mit der Begründung, die Abkühlverluste zu reduzieren und somit die Empfindlichkeit zu erhöhen, ist hingegen aus vielerlei Gründen abzuraten:

- Die Messung im Vakuum entsprechen i.d.R. nicht den Umgebungsbedingungen, in denen die untersuchte Probe typischerweise eingesetzt wird. Desorptionseffekte (zum Beispiel von eingelagertem Wasser) können das Absorptionsverhalten ändern.
- Für die Messung der Proben temperatur muß ein guter thermischer Kontakt zwischen Probenoberfläche und Thermosensor gewährleistet sein. Dies ist im Vakuum schwieriger zu realisieren als in (immerhin gering wärmeleitender) Luft, und von der Verwendung von Wärmeleitpaste, aus der eine irreversible Kontamination der Probe resultieren kann, sollte unbedingt abgesehen werden.
- Bei der Messung im Vakuum sind zusätzliche Eintritts- und Austrittsfenster erforderlich. Streuung und Reflexion von Strahlung an diesen Fenstern kann die Messung erheblich stören.
- Die zur Evakuierung erforderlichen Pumpen können thermische und elektrische Störungen in das Meßsignal eintragen.
- Insgesamt erhöht sich der Aufwand für eine Messung.
- Die Abkühlungsverluste werden im Vakuum etwa halbiert, was allerdings nicht mit einer Halbierung des Temperaturanstiegs gleichzusetzen ist. Selbst bei Proben mit großen Abkühlkoeffizienten kann der erhöhte Temperaturanstieg im Vakuum (simuliert in Abbildung 2.28) den Mehraufwand und die zusätzlichen Fehlereinträge kaum rechtfertigen.

Daß auch (und gerade) ohne die Evakuierung der verwendeten Probenkammern das Temperaturrauschen bei Verwendung geeigneter Sensoren und Meßelektronik mit vertretbarem Meßaufwand auf Werte unterhalb von $50\mu\text{K}$ reduziert werden kann, konnte in mehreren unabhängigen Laboren demonstriert werden [5, 34, 82, 102]. Bei Verwendung geeigneter Temperaturdetektionstechniken und thermisch stabiler Meßkammern erweist sich weniger das Temperaturrauschen, als vielmehr andere Störungen des Signals, welche im folgenden zu diskutieren sein werden, als eine Fehlerquelle bei den laserkalorimetrischen Untersuchungen.

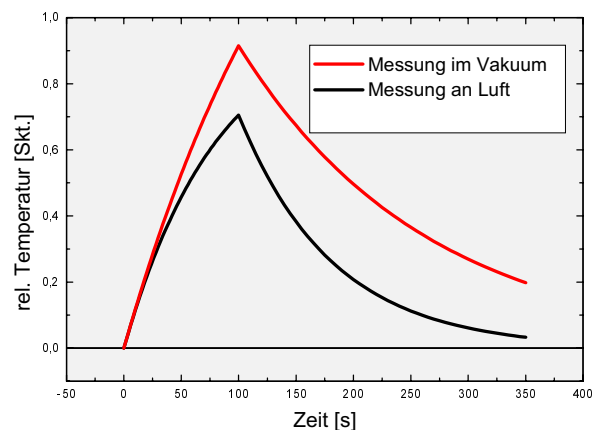


Abbildung 2.28: Auswirkung der Kammer-evakuierung

2.6.2 Temperaturdrift

Während kurzzeitige Temperaturfluktuationen mittels einer thermischen Abschirmung der Probe in einer isolierten Meßkammer gut unterdrückt werden können, ist die Drift der Proben- temperatur aufgrund der mittel- und langfristigen Änderung der Umgebungstemperatur im allgemeinen nicht vollständig eliminierbar. Durch die Verwendung eines Referenzdetektors, der die Temperatur der Probenkammer erfaßt und somit die direkte Ermittlung der physikalisch relevanten Relativtemperatur ermöglicht, läßt sich bereits eine weitgehende Reduzierung von Drifteffekten erzielen. Für die verbleibende Temperaturdrift kann mittels einer linearen Näherung im allgemeinen eine hinreichend genaue Abschätzung des zeitlichen Verhaltens für den Zeitraum der Messung durchgeführt werden. Dazu soll angenommen werden, daß die Umgebungs- bzw. Meßkammertemperatur T_C sich linear mit dem Driftkoeffizienten τ ändert ($T_C(t) = T_C(t_0) + \tau \times (t - t_0)$), so daß im einfachen Modell einer homogenen Proben- temperatur (siehe Gleichung 2.30 auf Seite 28) für die Dynamik der Proben- temperatur gilt

$$\begin{aligned} \dot{T} &= \frac{\alpha P}{mc_p} - \gamma(T - T_C(t_0) - \tau(t - t_0)) \\ T(t_0) &= T_C(t_0) - \Delta_T \\ \Rightarrow T(t) &= \left(\frac{\alpha P}{\gamma mc_p} - \tau/\gamma + \Delta_T \right) \left(1 - e^{-\gamma(t-t_0)} \right) + T_C(t) - \Delta_T. \end{aligned} \quad (2.42)$$

Im Abkühlungsfall ($P = 0$) ergibt sich nach einer Thermalisierung der Probe in der Kammer ($e^{-\gamma(t-t_0)} \rightarrow 0$) eine konstante Differenz der driftenden Proben- und Kammertemperaturen, welche dem Verhältnis von Driftkoeffizient τ zu Wärmekopplungskoeffizient γ entspricht: $T_\infty(t) = T_C(t) - \tau/\gamma$. Da die Thermalisierung die Voraussetzung für den Beginn einer Messung sein sollte⁷, kann daher als initiale Temperaturdifferenz angesetzt werden $\Delta_T = \tau/\gamma$. Damit ergibt sich aus Gleichung 2.42 analog zu Gleichung 2.31 (S. 28):

$$T(t) - T_C(t) - \tau/\gamma = \frac{\alpha P}{\gamma mc_p} \begin{cases} 0 & , t \leq t_1 \\ 1 - e^{-\gamma(t-t_1)} & , t_1 < t < t_2 \\ \left(1 - e^{-\gamma(t_2-t_1)} \right) e^{-\gamma(t-t_2)} & , t > t_2 \end{cases} \quad (2.43)$$

was bedeutet, daß nach Subtraktion der um τ/γ verschobenen, driftenden Kammertemperatur die Meßkurve exakt der driftfreien Kurve entspricht. Aus diesem Grund ist es sehr wichtig, daß die Aufzeichnung der Meßwerte bereits einige Minuten vor der Bestrahlung mit

⁷Zur Abschätzung der zur Thermalisierung benötigten Wartezeiten zwei Beispiele: Bei einer verfügbaren Laserleistung von 1 W und einer anfänglichen Temperaturdifferenz $T(t_0) - T_C(t_0) - \tau/\gamma = 1$ K soll jene Wartezeit Δt berechnet werden, nach welcher die Auswertungsfehler einer dann durchgeführten Messung auf unter 1 ppm reduziert wären. Für eine dünne Quarzprobe ($\emptyset 25 \text{ mm} \times 1 \text{ mm}$) ergibt sich dabei

$$\Delta t = -\frac{1}{\gamma} \ln \frac{\alpha P}{\gamma mc_p} \approx -82 \ln \frac{10^{-6} \times 1}{0.011 \times 1.04 \times 0.77} \text{ s} \approx 12.4 \text{ min},$$

für eine dicke BK7-Probe ($\emptyset 25 \text{ mm} \times 6 \text{ mm}$) eine Verzögerung

$$\Delta t = -\frac{1}{\gamma} \ln \frac{\alpha P}{\gamma mc_p} \approx -450 \ln \frac{10^{-6} \times 1}{0.0022 \times 7.7 \times 0.86} \text{ s} = 71.9 \text{ min}$$

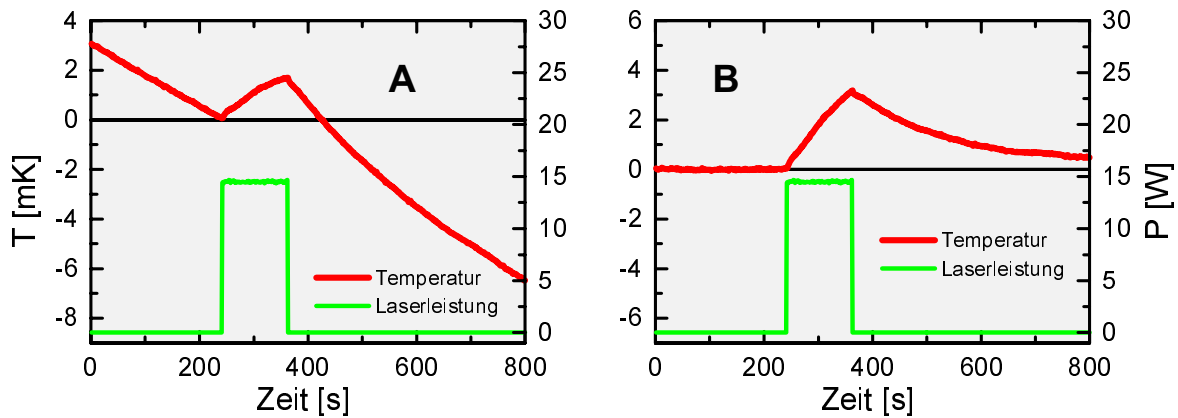


Abbildung 2.29: Beispiel für Temperaturdriftkompensation

dem Laser beginnt. Anhand dieser Vorlaufdaten kann die Temperaturdrift berechnet, über den Meßzeitraum extrapoliert und subtrahiert werden. Ein Beispiel hierfür ist in Abbildung 2.29 dargestellt, wo Diagramm A die (stark) driftende Temperaturkurve, Diagramm B die driftkorrigierte Kurve darstellt. Weiterhin ermöglicht die Analyse des Temperaturverlaufs vor der Bestrahlung die nachträgliche Prüfung, ob sich vor der Messung ein thermisches Gleichgewicht eingestellt hatte, oder andernfalls noch ein exponentielles Temperaturverhalten feststellbar ist, welches auf einen verfrühten Meßbeginn hinweist.

Wenn eine merkliche lineare Drift der Meßtemperatur vorliegt, ist das Nullniveau der Temperaturdifferenz zwischen Probe und Umgebung nicht definiert, so daß die direkte Auswertung der kalorimetrischen Daten nach ISO 11551 keine eindeutigen Ergebnisse liefert. Aus diesem Grund sollte in solchen Fällen die beschriebene Driftkompensation (Extrapolation der Vorlauftemperatur und Subtraktion der extrapolierten Driftkurve) *unbedingt* durchgeführt werden.

2.6.3 Störungen durch Streulicht

Im Gegensatz zu den mit geringem Aufwand kompensierbaren Temperaturdrifteffekten, sind Störungen, die im Zusammenhang mit der einfallenden Laserstrahlung stehen, oft viel problematischer in ihrer Wirkung auf die Absorptionsgradmessung. Dies gilt besonders bei sehr gering absorbierenden Proben, wenn „Störstrahlung“ direkt auf den Probenhalter oder die Temperaturfühler auftrifft.

In Abbildung 2.30 sind mögliche Streulichtpfade skizziert: Die Störstrahlung kann auf Körper in Probennähe (hier eine Blende) treffen und diese erwärmen, aber auch durch Direktbestrahlung der Temperaturfühler eine Meßsignalerhöhung, welche eine Probenerwärmung vortäuscht, bewirken.

Der Ursprung solcher „Störstrahlung“ kann auf optischer Streuung an reflektiven oder transmissiven Strahlführungselementen und auf Beugung an strahlbegrenzenden Aperturen beruhen. Dieser Störanteil läßt sich mittels Verwendung streuarmer Komponenten, der exakten Strahljustage und eventuell durch zusätzliche Integration eines Raumfilters in den Strahlverlauf wirkungsvoll reduzieren. Auch die Position und Art der Strahlfalle für die transmittierten und reflektierten Teilstrahlen sollte bezüglich möglicher Rückstreuung geprüft werden. Die Durchführung von Leermessungen erlaubt eine Abschätzung dieser Art von Störeinträgen und erleichtert somit die Optimierung.

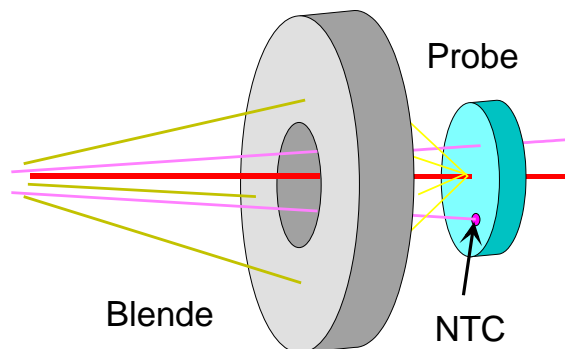


Abbildung 2.30: Prinzipskizze zur Störung durch Streustrahlung

Eine andere „Störstrahlungsquelle“, welche bei Leermessungen jedoch nicht erfaßt wird, kann die Probe selbst darstellen, wenn die Streuverluste die Absorptionsverluste bei weitem überwiegen. Dem Einfluß dieser Fehlerquelle kann entgegengewirkt werden, indem die Streulichtempfindlichkeit von Probenhalter und Detektor minimiert werden. Dies kann durch die Optimierung der Probenhaltergeometrie und die Reduzierung der Absorption von Halter und Temperaturfühler (z.B. durch die Vergoldung der Oberflächen) geschehen.

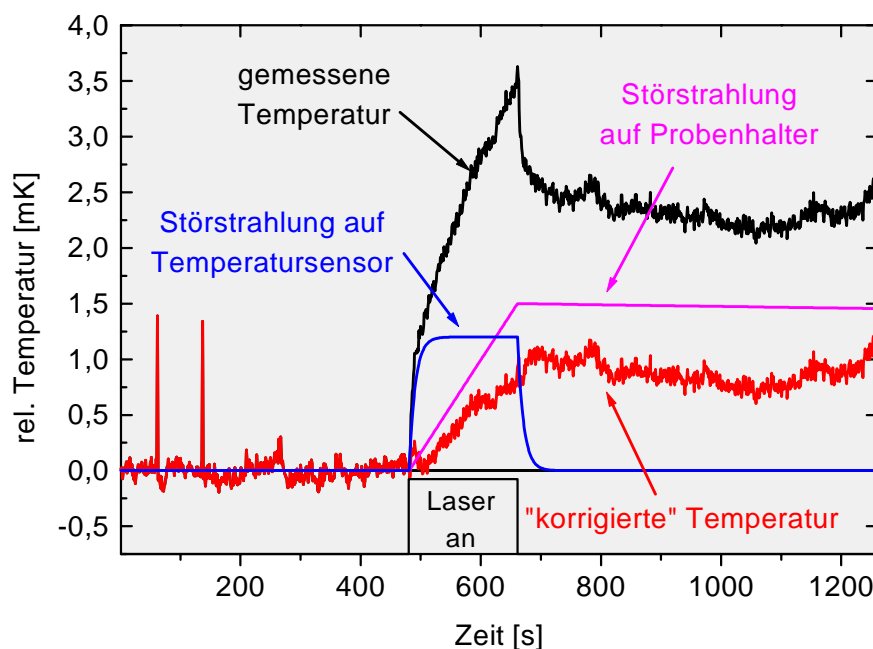


Abbildung 2.31: Auswirkungen von Signalstörungen auf eine laserkalorimetrische Messung

Typische Auswirkungen unterschiedlicher Störungen sind in [Abbildung 2.31](#) anhand einer realen, als mißglückt einzustufenden Messung illustriert. Das gemessene Temperatursignal weist zwei deutliche Besonderheiten auf: Es fällt auf, daß das Signal nach der Messung nicht auf die ursprüngliche Temperatur relaxiert, sondern auf einem höheren Niveau verbleibt (Temperaturoffset). Dies kann hervorgerufen werden, wenn Streulicht auf einen probennahen Körper (z.B. die Blende in [Abbildung 2.30](#)), der in thermischer Wechselwirkung

mit der Probe steht, fällt und somit eine Erwärmung bewirkt. Zur Veranschaulichung soll folgendes simple Modell betrachtet werden: Die Probe stehe einerseits in thermischer Wechselwirkung mit der Meßkammer, andererseits mit einem weiteren Körper, welcher während der Laserbestrahlung kontinuierlich aufgeheizt werde. Die als homogen angenommenen Proben temperatur unterliegt damit folgender Gesetzmäßigkeit:

$$\dot{\vartheta} = \begin{cases} \frac{\alpha P}{mc_p} - \gamma\vartheta - \delta(\vartheta - \varepsilon t) & , \quad 0 \leq t \leq t_B \\ -\gamma\vartheta - \delta(\vartheta - \varepsilon t_B) & , \quad t > t_B \end{cases} \quad (2.44)$$

wobei δ die Wärmekopplungskonstante mit dem aufgeheizten Körper bezeichnet und ε den Temperaturanstiegskoeffizienten dieses zweiten Körpers. Die Lösung lautet dann

$$\vartheta = \begin{cases} \left(\frac{\alpha P}{\gamma mc_p} - \varepsilon \delta / \tilde{\gamma}^2 \right) (1 - e^{-\tilde{\gamma} t}) + \frac{\varepsilon \delta}{\tilde{\gamma}} t & , \quad 0 \leq t \leq t_B \\ \left(\frac{\alpha P}{\gamma mc_p} - \varepsilon \delta / \tilde{\gamma}^2 \right) (1 - e^{-\tilde{\gamma} t_B}) e^{-\tilde{\gamma}(t-t_B)} + \frac{\varepsilon \delta}{\tilde{\gamma}} t_B & , \quad t > t_B \end{cases} \quad (2.45)$$

mit $\tilde{\gamma} := \gamma + \delta$

und beschreibt gerade das in Abbildung 2.31 vorgefundene Phänomen. Daraus folgt für die Fälle, bei denen die Meßprobe und der sekundär aufgeheizte Körper signifikant unterschiedliche Temperaturverlustkoeffizienten aufweisen (in dem betrachteten idealisierten Modell sind die Abkühlungsverluste des Sekundärkörpers vollständig vernachlässigt worden), prinzipiell eine rechnerische Korrektur der Signalstörung erfolgen kann⁸. Angesichts der i.a. komplexeren thermischen Wechselwirkungen sollte diese Korrektur höchstens in Ausnahmefällen zu einer Abschätzung des Absorptionsgrads verwendet werden.

Die zweite Auffälligkeit an der Kurve in Abbildung 2.31 ist, daß das Temperatursignal einen nahezu instantanen Sprung beim Einschalten und Ausschalten der Laserstrahlung aufweist. Dies beruht vermutlich auf der direkten Bestrahlung der Temperaturfühler, deren geringe Wärmekapazität die schnelle Reaktion auf die Bestrahlung erklärt, und deren Effekt auf das Meßsignal einfach simuliert werden kann. Subtrahiert man auch diesen Störeintrag, wird eine weitere Störung auf dem verbleibenden Signal deutlich: Die Temperatur weist nach der Bestrahlung einen nichtlinearen Anstieg auf, welcher auf eine unzulängliche Thermalisierung zurückzuführen sein kann.

Die Analyse dieser Störungen kann dazu beitragen, die möglichen Fehlerursachen im einzelnen zu ermitteln und abzustellen. Sie eignet sich jedoch nur sehr eingeschränkt zur Eliminierung der Störauswirkungen. Besser sollte die Messung verworfen und nach einer erneuten Reinigung, Inspektion und Justage der Probe im Kalorimeter wiederholt werden.

⁸Dazu muß der Temperaturoffset A_c aus der Meßkurve bestimmt werden, was mittels einer Exponentialanalyse (siehe Abschnitt 2.5.3) der Abkühlkurve geschieht. Mit $A_c = \varepsilon \delta t_B / \tilde{\gamma}$ kann nunmehr der Störsignalbeitrag $\Delta(t)$ von den Meßdaten subtrahiert werden:

$$\Delta(t) = \begin{cases} A_c t / t_B & , \quad 0 \leq t \leq t_B \\ A_c & , \quad t > t_B . \end{cases}$$

Es ist wichtig, bei der anschließenden Analyse der korrigierten Aufheizkurve den Absorptionsgrad $\alpha = (\gamma A_h + A_c / t_B) \frac{mc_p}{P}$ korrekt aus den Fitparametern zu bestimmen, da sich anderenfalls zu geringe Absorptionswerte ergeben würden.

2.6.4 Probenhalterung

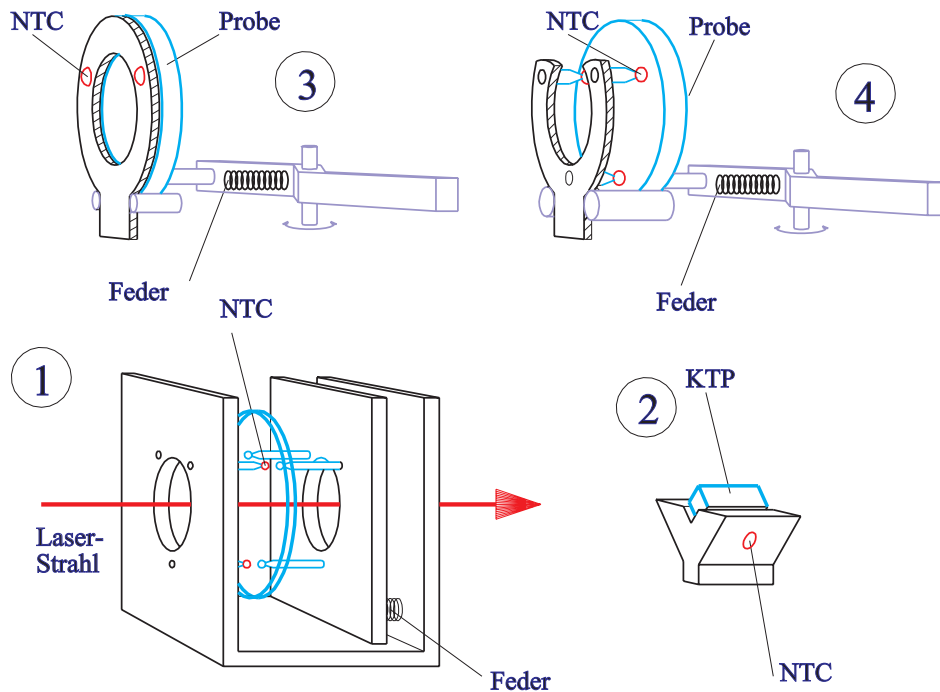


Abbildung 2.32: Probenhalter für die Laserkalorimetrie

Bei der Durchführung empfindlicher kalorimetrischer Messungen ist die Ausführung des Probenhalters und der Temperaturfühler von ausschlaggebender Bedeutung. Unterschiedliche Gesichtspunkte sind bei dessen Konstruktion zu beachten:

1. Die Temperaturfühler müssen eine hohe Empfindlichkeit bei geringem Rauschen aufweisen. Für die empfindliche Temperaturmessung haben sich dabei vor allem NTC-Widerstände in Verbindung mit geeigneten Meßverstärkerschaltungen qualifiziert, aber auch SMD-Transistoren können zu diesem Zweck verwendet werden [28].
2. Eine gute Reproduzierbarkeit der Messungen soll gewährleistet sein. Dazu muß ein gleichbleibend guter Kontakt der Meßfühler zur Probe sichergestellt werden.
3. Die Beitrag des Halters zur effektiven thermischen Kapazität der aufgeheizten Systems sollte gering sein, um die Empfindlichkeit nicht herabzusetzen.
4. Ohne großen Aufwand muß die Winkeljustage der Probe relativ zum Strahl bewerkstelligt werden können, damit Rückreflexe störungsfrei aus dem Kalorimeter herausgeführt werden.
5. Die Streulichtempfindlichkeit des Halter-Temperaturdetektor-Systems muß minimal sein, um Störeinflüsse auf die Messung gering zu halten.
6. Um die Eingriffszeiten in das thermische System des Kalorimeters zu minimieren, muß der Halter einen schnellen und einfachen Probenwechsel ermöglichen, bei dem das thermische Gleichgewicht der Meßkammer möglichst nicht gestört wird.

Um insbesondere die Punkte Probenjustage und Probenwechsel zu verbessern, wurde ein Haltertyp entworfen, bei dem die Probe mit einstellbarer Federkraft und an nur einem Berührungspunkt gegen den Halter gedrückt wird. Dabei erfolgt die Haltermanipulation bequem über lange Hebel, so daß die Übertragung von Körperwärme minimiert wird. Hinsichtlich der Temperaturdetektion wurden zwei unterschiedliche Ansätze realisiert:

Bei einer Halterausführung (Abbildung 2.32, Typ 3) sind die Temperaturdetektoren auf einer Aluminiumplatte aufgeklebt, die eine große Bohrung für den Laserstrahl aufweist. Durch die einerseits große Berührungsfläche zwischen Halter und Probe und andererseits die feste Verklebung der Thermofühler ist ein gleichbleibend guter Wärmekontakt der Probe zu den Temperatursensoren sichergestellt. Weiterhin ist das Aufbringen von zusätzlichen Temperaturfühlern (z.B. Pt100) oder Heizwiderständen zur Kalibrierungszwecken einfach möglich. Der Nachteil dieser Halterform ist, daß die Aluminiumplatte zur effektiven Wärmekapazität beiträgt und deshalb zu einer Herabsetzung der effektiven Empfindlichkeit führt, welche insbesondere im Fall dünner Komponenten ins Gewicht fällt.

Demgegenüber handelt es sich beim Haltertyp 4 um eine Lösung, bei der die Probenaufnahme und Temperaturdetektion der von Halter 1 vergleichbar ist, während allerdings die Montage und Justage der Komponenten wie bei Halter 3 wesentlich vereinfacht ist und einen größeren Probendurchsatz ermöglicht. Beide Halter weisen lediglich minimale Berührungsflächen zur Meßprobe auf.

2.6.5 Kalibrierungsmessungen

Wie bereits erwähnt wurde, gilt als wesentlicher Vorzug der laserkalorimetrischen Absorptionsgradmessungen die Tatsache, daß auch ohne die Verwendung von Referenzproben absolute Messungen möglich sind. Der Absorptionsgrad kann aus laserkalorimetrischen Daten direkt bestimmt werden, wenn die Massen und spezifischen Wärmen der erwärmten Körper bekannt sind und die Signale der Laserleistung und Proben temperatur korrekt kalibriert wurden.

Wenn allerdings die untersuchte Probe eine geringe Wärmeleitfähigkeit aufweist, so ist, wie in Abschnitt 2.5.4 gezeigt wird, die eindeutige Bestimmung des Absorptionsgrades nach dem Normverfahren nicht ohne weiteres möglich. Ebenso ergeben sich u.U. Schwierigkeiten, wenn nicht eindeutig feststeht, in welchem Umfang Elemente der Probenhalterung zur Gesamtwärmekapazität des aufgeheizten Systems beitragen.

Aus diesen Gründen kann es sinnvoll sein, geeignete Kalibrierungsmessungen durchzuführen. Dazu werden Proben bekannten Absorptionsgrads vermessen. Diese können zum Beispiel durch das Beschichten von Substraten mit Ruß oder Graphit hergestellt werden, was einen hohen, mit guter Genauigkeit bestimmbaren Absorptionsgrad ergibt⁹. Bei der Auswertung einer Kalibrierungsmessung wird dann die effektive Wärmekapazität C_{eff} bestimmt

⁹Ein übliches Verfahren ist auch die Heizung mit einem stromdurchflossenen elektrischen Widerstand. Ihr Vorteil ist die hohe Genauigkeit, mit der die Heizleistung bestimmt werden kann. Als Nachteil mußangeführt werden, daß die elektrisch geheizte Fläche meistens nicht mit der optisch bestrahlten Fläche identisch ist, so daß bei gering wärmeleitenden Proben unterschiedliche Temperaturprofile für die optische und die elektrische Heizung auftreten können. Ein weiteres Problem besteht in der beschädigungsfreien thermischen Kontaktierung des Heizwiderstands mit der Probe.

als jener Wert, der für $\sum_i m_i c_{p,i}$ eingesetzt werden muß, um den korrekten Absorptionsgrad zu ergeben. Diese effektive Wärmekapazität kann anschließend für Proben gleicher Geometrie und Substratbeschaffenheit verwendet werden.

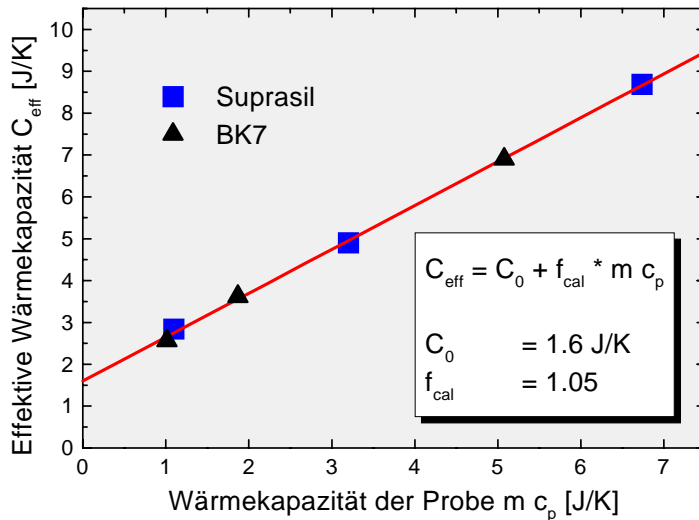


Abbildung 2.33: Auswertung einer Serie von Kalibrierungsmessungen

Besonders hilfreich sind Kalibrierungsreihen, bei denen Proben bekannter Absorptivität, aber unterschiedlicher Wärmekapazitäten untersucht werden. Ein Beispiel dafür ist in [Abbildung 2.33](#) dargestellt. Aus den Meßpunkten können zwei Parameter bestimmt werden: der Beitrag C_0 des Probenhalters zur effektiven Wärmekapazität und der Kalibrierungsfaktor f_{cal} , der gegebenenfalls vorhandene Fehler der Leistungs- und Temperaturkalibrierung korrigiert und auch den Einfluß von Wärmeleitungseffekten, insofern sie nicht

durch geeignete Wahl der Meßgeometrie und der Auswertemethode unterdrückt wurden, berücksichtigt. Im idealen Fall gilt selbstverständlich $f_{\text{cal}} = 1$ und $C_{\text{eff}} = \sum_i m_i c_{p,i}$.

Auch wenn aufgrund einer optimierten Anordnung der Meßapparatur und einer angepaßten Meßauswertung eine solche Kalibrierung nicht erforderlich erscheint, stellt diese dennoch eine wertvolle Möglichkeit dar, die Präzision des Meßverfahrens zu überprüfen.

2.7 Beispiele hochempfindlicher Laserkalorimetrie

Nach der vorangegangenen Diskussion zu Problemstellungen bei der Anwendung des Meßstandards ISO 11551 auf Laserkomponenten geringer Verluste und Wärmeleitfähigkeiten soll im folgenden die experimentelle Umsetzung der theoretischen Optimierungsansätze dargestellt und an ausgewählten Beispielen illustriert werden.

Für die Charakterisierung des Absorptionsgrads optischer Laserkomponenten und die Optimierung des dazu eingesetzten Meßverfahrens wurde ein Laserkalorimeter gemäß ISO 11551 aufgebaut. Als Strahlquellen wurden ein Nd:YAG-Grundmode-Laser und ein HF-angeregter CO₂-Laser implementiert. Bei dem Nd:YAG-Laser handelt es sich um einen mit zwei Bogenlampen gepumpten Stab in einem Hybridresonator, welcher in [Abbildung 2.34](#) skizziert ist.

Die Krümmungsradien der Spiegel sind so gewählt, daß die sich während des Laserbetriebs im Stab ausbildende thermische Linse kompensiert wird (dynamisch stabiler Resonator [52]). Mit Hilfe einer Modenblende schwingt lediglich der TEM₀₀-Mode an, während Moden höherer Ordnung unterdrückt werden. In Anwesenheit eines speziellen Umlenkspiegels (HR_{1064nm,45°} / HT_{532nm,45°} : hohe Reflektivität bei der Grundwellenlänge, hohe Transmissivität bei der ersten Harmonischen) liegt ein geknickter Resonator vor, in den ein frequenzverdoppelnder Kristall unter Phasematching-Bedingungen in Strahltaillennähe implementiert ist. Die resonatorintern verdoppelte Strahlung wird am Umlenker ausgekoppelt, wobei je nach eingebautem Kristall Ausgangsleistungen von 2 W bis 5 W erreicht werden. Entfernt man den Umlenkspiegel aus dem Strahlengang, handelt es sich nunmehr um einen linearen Resonator, der am Auskoppelspiegel etwa 18 W Strahlungsleistung emittiert. Der zusätzlich in die Apparatur integrierte CO₂-Laser weist eine Leistung von 120 W auf, so daß bei den Wellenlängen 532 nm, 1064 nm und 10.6 μm jeweils hinreichend große Laserleistungen für empfindliche kalorimetrische Untersuchungen verfügbar sind.

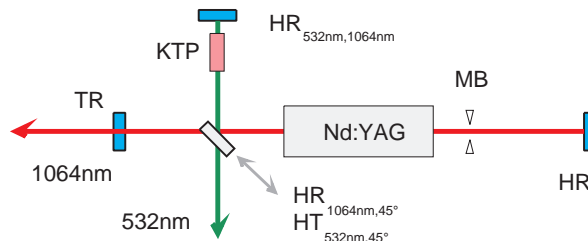


Abbildung 2.34: Nd:YAG-Hybrid-Laser

Bei dem eigentlichen Kalorimeter handelt es sich um System einer stählernen Innenkammer (große Wärmekapazität) in einer isolierenden Außenkammer, das eine hohe Temperaturstabilität ermöglicht. Unterschiedliche Probenhalter sind in der Kammer installiert (siehe Abbildung 2.32), an denen die Proben temperaturen mittels NTC-Widerständen erfaßt werden können. Diese NTC-Widerstände werden in einer Linearisierungsanordnung beschaltet, so daß nach einer gestuft wählbaren Vorverstärkung temperaturproportionale Spannungssignale vorliegen, welche mittels einer AD-Wandlertarte digitalisiert werden. Mittels speziell entwickelter Software (siehe Seite 105) kann die Meßprozeßsteuerung, die Datenerfassung und die Auswertung des Absorptionsgrads mit dem PC weitgehend automatisiert erfolgen.

2.7.1 Polarisationsabhängige Absorptionsgradmessungen an KTP

Die Verfügbarkeit von Laserstrahlung wäre bei vielen Wellenlängen ohne die Verwendung geeigneter Frequenzkonversionssysteme überhaupt nicht realisierbar, und selbst bei solchen Spektralbereichen, die bereits von einem Lasertyp „erschlossen“ scheinen, können u.U. frequenzkonvertierte Laser anderer Grundwellenlängen Vorteile aufweisen. So wird z.B. der grüne emittierende Ar⁺-Laser zunehmend von frequenzverdoppelten Nd:YAG-Lasern verdrängt, die trotz der unvermeidlichen Konversionsverluste i.d.R. wesentlich effizienter betrieben werden können. Für die Frequenzkonversion werden die nichtlinearen Eigenschaften einiger optischer Materialien ausgenutzt, und folglich skaliert die Konversionseffizienz mit der Laserleistungsdichte in den Konversionskomponenten. Hierbei ist die höchstmögliche Leistungsdichte (und somit Effizienz) in vielen Fällen durch die Zerstörfestigkeit der verwendeten Optik eingeschränkt. Insbesondere absorptive Zerstörungen spielen dabei eine große Rolle, was die Charakterisierung des Absorptionsverhalten von Konversionskristallen unbedingt erforderlich macht.

Aufgrund der gegenüber gewöhnlichen Laseroptiken vergleichsweise kleinen Geometrien

λ	Polaris.	Nr. 1	Nr. 2	Nr. 3	Nr. 4	Nr. 5	Nr. 6
514nm		4.0 %	3.1 %	1.8 %	1.4 %	0.27 %	2.0 %
	\perp	2.5 %	2.1 %	1.3 %	0.88 %	0.15 %	1.2 %
	/ \perp	1.6	1.5	1.4	1.6	1.8	1.7
532nm		3.3 %	2.7 %	1.7 %	1.2 %	0.13 %	1.6 %
	\perp	2.1 %	1.7 %	0.91 %	0.69 %	0.089 %	0.90 %
	/ \perp	1.6	1.6	1.9	1.7	1.5	1.8
1064nm		190 ppm	160 ppm	62 ppm	130 ppm	120 ppm	84 ppm
	\perp	120 ppm	100 ppm	47 ppm	97 ppm	80 ppm	71 ppm
	/ \perp	1.6	1.6	1.3	1.3	1.5	1.2

Tabelle 2.4: Absorptionsgrad von KTP-Kristallen: polarisationsabhängig bei verschiedenen Wellenlängen; || / \perp : Quotient der Absorptionsgrade für parallele und senkrechte Strahlpolarisation

(typischerweise z.B. $3 * 3 * 7 \text{ mm}^3$), ist die Absorptionsgradmessung nur mit speziell konzeptionierten Haltern möglich, und eine hochpräzise Strahlformung und -führung ist unumgänglich. Strahlungsanteile, welche an transmissiven Optiken gestreut werden, propagieren vorrangig in kleinem Winkel zur Strahlrichtung. Wenn der Abstand zwischen der Probe und der nächsten transmissiven Komponente¹⁰ z.B. 1 m beträgt, ergibt sich bei der Untersuchung dieser Kristalle ein freier Öffnungswinkel von unter 0.2° . Strahlung außerhalb dieses Winkels kann auf die Probenhalterung oder die Temperatursensoren auftreffen und die Messung empfindlich verfälschen. Aus diesem Grund ist bei der Auswahl, Anordnung und Justage der Strahlführungselemente größte Sorgfalt erforderlich, um den Strahlungsanteil, der außerhalb dieses Winkelbereichs gestreut wird, weitestgehend zu minimieren.

Um einen sicheren Wärmekontakt in einer justierbaren Probenhalterung zu gewährleisten, wurde eigens ein Kristallträger konstruiert, welcher in Abbildung 2.32 auf Seite 47 skizziert ist. Bei der absorptiven Erwärmung können der untersuchte Kristall und der Probenträger als ein Gesamtsystem mit der effektiven Wärmekapazität C_{eff} betrachtet werden. Der Wert von C_{eff} wurde durch Kalibrierungsmessungen mit geschwärzten Kristallen ermittelt, um Fehler, die sich aus den verhältnismäßig komplizierten Wärmetransportprozessen im System Kristall/Kristallträger/Trägerbefestigung ergeben könnten, zu eliminieren. Nach erfolgter Kalibrierung und Justage wurden Leermessungen durchgeführt, anhand derer das Absorptionsgradäquivalent zum Leersignal als sicher kleiner 50 ppm abgeschätzt werden kann. Die Leistungsdichte in den Kristallen war bei den Messungen bei 1064 nm hoch genug, um auch ohne Phasematching einen visuell gerade wahrnehmbaren, aber noch vernachlässigbaren frequenzverdoppelten Strahlungsanteil zu bewirken.

Im folgenden sollen exemplarisch die Untersuchungsergebnisse dargestellt werden, die bei der Absorptionsgradbestimmung an sechs KTP-Kristallen gleicher Geometrie, aber unterschiedlicher Oberflächenbeschaffenheit, ermittelt wurden. Dazu wurden die Proben bei den Wellenlängen 514 nm, 532 nm, und 1064 nm laserkalorimetrisch untersucht, wobei jeweils Messungen sowohl mit parallel als auch senkrecht zu der ausgezeichneten Kristallhauptachse polarisierter Strahlung durchgeführt wurden.

¹⁰bei dem für die im folgenden dokumentierten Messungen benutzten Kalorimeter wurde eine Linse mit 1 m Brennweite eingesetzt

Bei allen Kristallen ist der Abfall des Absorptionsgrads hin zu den höheren Wellenlängen signifikant (ca. 10^{-2} bei 514 nm bis ca. 10^{-4} bei 1064 nm). Zur Konsistenzprüfung war an einem Kristall mit einem hohen Absorptionsgrad eine spektralphotometrische Charakterisierung durchgeführt worden. Aus der Messung des Reflexions- und Transmissionsverlaufs wird auf das Absorptionsspektrum zurückgeschlossen, was in Abb. 2.35 dargestellt ist. Aufgrund der erheblichen Kalibrierungsunsicherheit, die sich vor allem aus der kleinen Geometrie der Kristalle ableiten, ist der Absorptionsgrad lediglich in un spezifizierten Einheiten skaliert, die nur ungefähr 1% entsprechen. Der drastische Abfall des Absorptionsgrads ist erkennbar, und der deutliche systematische Unterschied der Werte bei 514 nm und 532 nm, der sich laserkalorimetrisch gezeigt hatte, wurde eindrucksvoll bestätigt.

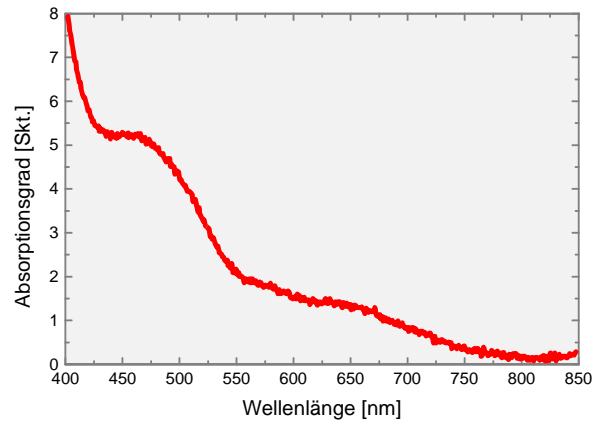


Abbildung 2.35: Spektralphotometrische Absorptionsmessung an einem KTP-Kristall, unpolarisiert

Besonders aufschlußreich ist der polarisationsabhängige Vergleich der KTP-Absorption. Es zeigt sich, daß Strahlung, welche parallel zu den z -Achsen der Kristalle linear polarisiert war, signifikant stärker absorbiert wurde als dazu senkrecht polarisierte Strahlung, was durch die hohe Anisotropie der Kristalle zu erklären ist. Aus der bei allen Kristallen und Wellenlängen festgestellten Polarisationsabhängigkeit läßt sich ableiten, daß der Einfluß von Störeinträgen auf die Meßergebnisse, der aufgrund der sehr großen Nähe von Laserstrahl und Probenhalter bereits problematisiert wurde, vernachlässigt werden kann: Die aus solchen Störungen resultierende Erhöhung der ermittelten Absorptionsgrade sollte polarisationsunabhängig sein, was bei sehr kleinen Signalen eine Verringerung des Verhältnisses der polarisiert gemessenen Werte bewirken müßte, die nicht festzustellen ist.

Das Beispiel der Untersuchungen an KTP-Kristallen belegt damit, daß laserkalorimetrische Absorptionsgradbestimmungen in Anlehnung an ISO 11551 auch bei sehr unvorteilhaften Probengeometrien präzise und empfindlich durchgeführt werden können.

2.7.2 Unterscheidung von Oberflächen- und Bulkabsorption

Bei der Definition des Absorptionsgrads α , der mit dem in ISO 11551 beschriebenen Verfahren bestimmt werden kann, wird nicht zwischen den diversen möglichen Absorptionsprozessen unterschieden. Für die räumliche Diskriminierung haben sich photothermische Deflektionsverfahren als gut geeignet erwiesen [98], aber auch mittels „einfacher“ Laserkalorimetrie ist eine Separation der Größen Bulkabsorptivität a_{Bulk} und Oberflächenabsorptionsgrad α_{Surface} möglich, wenn eine Serie von Messungen an Proben unterschiedlicher Dicke, aber (vermeintlich) gleicher Absorptionseigenschaften durchgeführt wird.

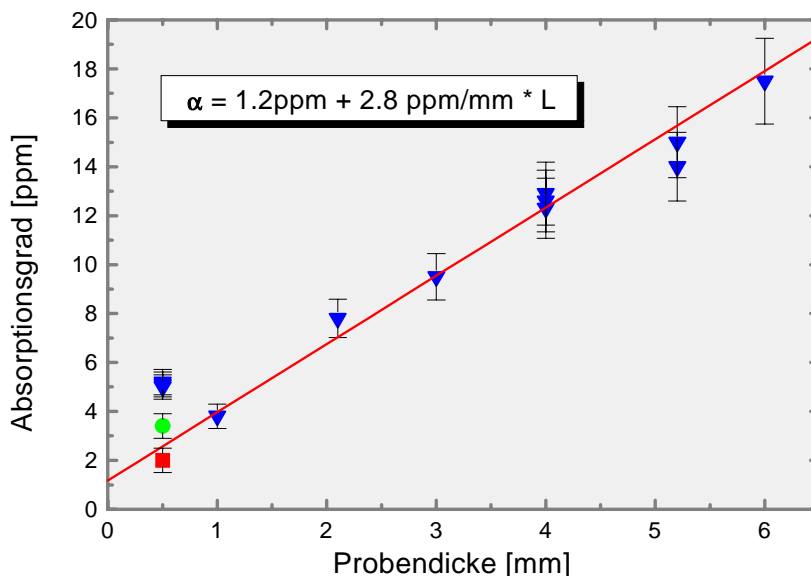


Abbildung 2.36: Absorptionsmeßserie für gleichartige Proben unterschiedlicher Dicke: synthetisches Quarzglas SQ2, Ø25 mm

In Abbildung 2.36 ist eine solche Meßserie dargestellt. Untersucht wurde dabei ein Probenatz, der eigens zu diesem Zweck aus einer einheitlichen Substratmaterialcharge in einheitlichen Politurprozessen angefertigt wurde. Es handelt sich um Planscheiben aus synthetischem Quarzglas (Ø25operatornamemm), deren Dicke etwa 0.5 mm, 1 mm, 2 mm, ... 6 mm beträgt. Um den Einfluß der Probenvorbereitung weitestgehend zu reduzieren, wurden alle Proben einer identischen, automatisierten Reinigung in einem Spin-Cleaner unterzogen. In der Auftragung der Absorptionsgradwerte über der Probendicke ist deutlich eine lineare Abhängigkeit feststellbar. Mittels einer linearen Regression können α_{Surface} als Ordinatenwert und α_{Bulk} als Steigung berechnet werden. Der so bestimmte Wert der Bulkabsorptivität von $a = 28 \text{ ppm/cm}$ ist in Übereinstimmung mit Ergebnissen von Baurès et al. [4], der mittels photothermischer Deflektionsmessungen unterschiedliche Typen hochwertiger Quarzgläser photothermisch untersuchte und Absorptivitäten im Bereich zwischen 4.5 ppm und 60 ppm ermittelte. Auch Untersuchungen von Swim an ähnlichem Material (Suprasil W-1) ergaben Bulkabsorptivitäten und Oberflächenabsorptionsgrade in dieser Größenordnung [84].

Die Meßserie demonstriert eindrucksvoll, daß selbst bei sehr kleinen optischen Verlusten der Absorptionsgrad zuverlässig bestimmbar ist, wenn ein laserkalorimetrisches Verfahren eingesetzt wird, bei dem die im vorangegangenen Text erörterten Problemstellungen hinsichtlich

des Meßprozesses und der Signalanalyse berücksichtigt wurden.

2.7.3 Alternative laserkalorimetrische Meßkonzepte

Eine interessante Variante laserkalorimetrischer Messungen wurde von Decker, Temple u.a. [24, 87] beschrieben. Die Probe wird in einem Meßring gehalten, an dem der Temperaturfühler (Thermistor) und ein Heizwiderstand befestigt sind (siehe Abbildung 2.37). Probe und Meßring befinden sich in einer evakuierten Kammer, deren Innenwände geringste Emisivitäten aufweisen, so daß ein Wärmeaustausch des Systems Halter-Probe mit der Umgebung vernachlässigt werden kann (*adiabatische Kalorimetrie*). Wird die Probe mit einem Laser bestrahlt, so heizt sie sich und den Meßring auf, und der Temperaturanstieg ΔT wird vom Thermofühler gemessen. Zur Kalibrierung wird an den am Meßring befestigten Heizwiderstand eine Spannung U_H angelegt, die bei einem Heizstrom I_H einen ähnlichen Temperaturanstieg $\Delta T_{\text{elektr.}}$ bewirkt. Aus der verhältnismäßig genau bestimmbar eingekoppelten elektrischen Leistung läßt sich dann die optisch absorbierte Leistung αP bestimmen mit

$$\alpha P = U_H I_H \frac{\Delta T}{\Delta T_{\text{elektr.}}}$$

so daß der Absorptionsgrad α berechnet werden kann. Die Kenntnis der Wärmekapazitäten und Massen von Probe und Halterring sowie die absolute Kalibrierung des Temperaturfühlers sind bei diesem Meßkonzept nicht erforderlich.

Ein weiterer wesentlicher Vorteil ist, daß unter der Voraussetzung der thermischen Entkopplung von der Umgebung auch Wärmeleitfähigkeitseinflüsse eliminiert werden. Dies ist in Abbildung 2.38 illustriert, wo typische Meßkurven dargestellt sind unter der Annahme einer hohen Wärmeleitfähigkeit des Meßrings und einer geringen Wärmeleitfähigkeit der Probe. Wird die Probe in der Probenmitte mit dem Laserstrahl absorptiv erwärmt (optische Heizung), ist bis zum Anstieg der gemessenen Ringtemperatur eine Verzögerung feststellbar.

Bei elektrischer Heizung mit gleicher Leistung hingegen vollzieht sich der Anstieg rasch aufgrund der guten Leitfähigkeit des Meßrings. Nach Abschaltung der Heizung sackt das Temperatursignal auf ein tieferes Niveau ab, was durch die verzögerte Dissipation der Wärme in die Meßprobe erklärbar ist. In beiden Fällen erreicht die Temperatur anschließend das gleiche Niveau, da ein Wärmeaustausch mit der Umgebung nicht stattfindet. Die Nachteile

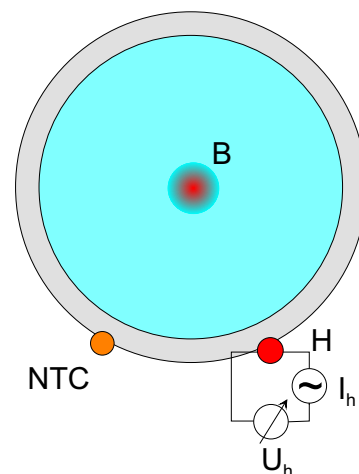


Abbildung 2.37: Laserkalorimetrie nach Decker

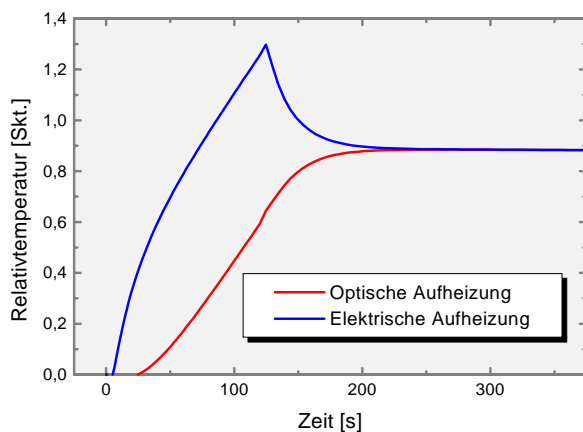


Abbildung 2.38: Typische Temperaturverläufe bei adiabatischer Kalorimetrie

dieses Ansatzes sind der hohe Aufwand, der für die thermische Entkopplung nötig wird und Probleme, die in Verbindung mit der Evakuierung auftreten können (siehe Abschnitt 2.6.1 auf Seite 41).

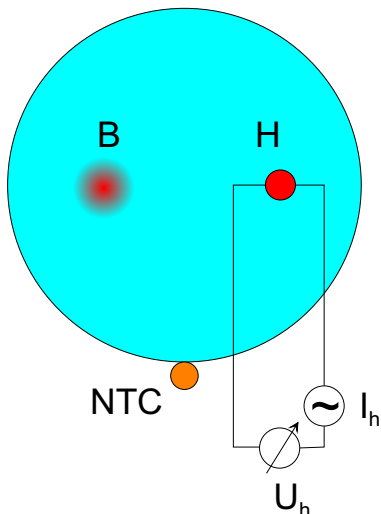


Abbildung 2.39: Laserkalorimetrie mit Kompensationsmethode, nach Obramski et al. [63]

Basierend auf dem Konzept von Decker haben Obramski et al. ein „Kompensationsverfahren“ beschrieben, bei dem die adiabatische Meßdurchführung nicht notwendig ist [63]. Die Idee ist dabei, die Angriffspunkte für die elektrische und die optische Heizung der Probe symmetrisch zum Ort der Temperaturfühler zu wählen (siehe Abbildung 2.39), so daß unabhängig von der Probenwärmeleitfähigkeit und den sich auf der Probe ausbildenden Temperaturgradienten eine exakte Kalibrierung möglich ist. Der offensichtliche Nachteil dieses Ansatzes besteht allerdings in der Schwierigkeit, die elektrische Heizleistung definiert in die Probe einzukoppeln. Da der Heizort auf der optischen Funktionsfläche liegt, ist bei der Ankopplung des Heizwiderstands an die Probe höchste Vorsicht geboten, um mögliche Degradationen auszuschließen. Ein Aufkleben oder Anpressen mit großem Druck kommt daher nicht in Frage.

2.8 Zusammenfassung

Im vorangegangenen Text wurde vor dem Hintergrund anderer möglicher Meßkonzepte das in ISO 11551 beschriebene, laserkalorimetrische Verfahren zur Absorptionsgradbestimmung umfassend hinsichtlich seiner Praktikabilität untersucht.

Während die absorptiv bewirkte Temperaturerhöhung bei der Laserkalorimetrie direkt gemessen wird, beziehen sich die meisten anderen photothermischen Verfahren (PTD, PA usw.) auf mittelbare Größen, vorrangig auf die durch die Erwärmung bewirkten Änderungen der Probenausdehnung und des Brechungsindex. Da weiterhin diese Größen nicht absolut für die gesamte Probe gemessen werden, sondern deren Gradienten ermittelt werden, fließt die Wärmeleitfähigkeit direkt in die abgeleitete Meßgröße ein. Für die Absolutberechnung des Absorptionsgrads ist deshalb die exakte Kenntnis einer Reihe von thermomechanischen und thermooptischen Eigenschaften eine zentrale Voraussetzung, welche eine zuverlässige Kalibrierung enorm erschwert.

Auch bei der direkten Laserkalorimetrie kann, wie gezeigt wurde, die Wärmeleitfähigkeit einen Einfluß auf die Messung haben. Dieser Einfluß ist jedoch Größenordnungen geringer als bei den indirekten Meßkonzepten, und er kann auch ohne die genaue Kenntnis der Probenwärmeleitfähigkeit mit den erwähnten Mittel leicht kompensiert werden.

Für die absolute Bestimmung des Gesamtabsorptionsgrads einer Laseroptik, die Gegenstand von ISO 11551 ist, wurde der Laserkalorimetrie somit begründet der Vorzug gegeben. Immer dann, wenn nicht der Absolutwert, sondern eher die räumliche Verteilung der Absorptionseigenschaften von Interesse ist, bieten die unterschiedlichen photothermischen Deflektionsverfahren ein hervorragendes Instrumentarium zur Charakterisierung. LC- und PTD-Ansätze

sollten daher weniger als konkurrierende, sondern eher als sich ergänzende Charakterisierungsmethoden betrachtet werden.

Hinsichtlich der konkreten Durchführung laserkalorimetrischer Messungen scheint es sinnvoll, zwei Fälle zu unterscheiden:

Messungen mit hoher bis mittlerer Empfindlichkeit, bei denen die bewirkten Aufheizungen im Bereich 10^{-2} K und darüber liegen. Zur Vereinfachung der Kalibrierung und der korrekten Berücksichtigung von Wärmeleitungseffekten kann eine Probenhalterung gewählt werden wie in Abbildungen 2.32.3 (s.S.47) bzw. 2.37 (s.S.54) dargestellt. Die Verwendung eines Meßrings verbessert hier den thermischen Kontakt zwischen Probe und Thermistoren und erlaubt gleichzeitig die Befestigung eines Heizwiderstands zur elektrischen Kalibrierung und ggf. die Anbringung weiterer Thermofühler zur Temperaturkalibrierung. Die Signalauswertung sollte durch Extrapolation jener Temperaturdaten erfolgen, die nach der Bestrahlung und der Homogenisierung der Proben temperatur gemessen wurden.

Messungen mit höchster Empfindlichkeit, bei denen die Aufheizungen wenige Millikelvin betragen oder sogar noch geringer sind. In diesem Fall würden sowohl die zusätzliche Wärmekapazität eines Halterungsringes als auch das Abwarten einer Temperaturgleichverteilung nach der Aufheizung nicht hinnehmbare Empfindlichkeitsverluste eintragen. Daher ist eine Halterungskonfiguration wie z.B. in Abbildungen 2.32.1 und 2.32.4 (s.S.47) vorzuziehen, bei der sich i.a. auch eine geringere Streustrahlungsempfindlichkeit realisieren läßt. Die Temperaturfühler sollten dabei an der hinsichtlich der Wärmeleitungseinflüsse optimierten Temperatur angebracht sein (siehe Abbildung 2.21). Zur Auswertung sollte eine Anpassung der Meßdaten an parametrisierte Exponentialfunktionen durchgeführt werden (s. Abschnitt 2.5.3), die neben der Ermittlung des Absorptionsgrads auch die Detektion von Störeinflüssen und ggf. sogar deren Kompensation ermöglicht (s. Abschnitt 2.6.3).

Unter diesen Voraussetzungen und bei Umsetzung der vorgeschlagenen apparativen Verbesserungen sollte eine für die Optimierung der Laseroptiken hinreichend hohe Meßgenauigkeit erzielbar sein, besonders wenn andere Einflüsse, die zu Schwankungen des Meßergebnisses führen können (Probenreinigung, Probeninhomogenitäten), berücksichtigt werden.

Kapitel 3

Bestimmung der Reflektivität und Transmissivität

3.1 Einführung

Im Gegensatz zu der Absorption und der Streuung von Strahlung, die als Verluste zu betrachten sind und die Anwendung von Laserkomponenten in unterschiedlichem Ausmaß beeinträchtigen können, sind der Reflektivitäts- und Transmissivitätsgrad positive Größe, welche die „nutzbaren“ Strahlungsanteile quantifizieren. Es soll vereinbart werden, daß die Begriffe Reflektivität und Reflexionsgrad synonym als das Verhältnis der spekulär reflektierten zur insgesamt einfallenden Strahlungsleistung zu verstehen sind, d.h. jenen Strahlungsanteil beschreiben, der nicht absorbiert, transmittiert oder gestreut wird. Insbesondere die Abgrenzung zur Streustrahlung kann sich meßtechnisch als schwierig gestalten, da es einerseits in der Realität keine exakt linearen Strahlen gibt, wie sie für die einfache Beschreibung von optischen Abbildungssystemen oft verwendet werden, und da andererseits gestreute Strahlung gerade in Richtung des Reflexes den größten Anteil aufweist. Im gleichen Sinn sollen Transmissivität und Transmissionsgrad das Verhältnis der die Optik ungestreut durchdringenden zur einfallenden Strahlungsleistung sein.

Für viele Anwendungen stellen Reflexions- und Transmissionsgrad die eigentlich relevanten Charakteristika dar. Soll etwa die Finesse eines Resonators betrachtet werden, so berechnet sich diese aus den Reflektivitäten der konstituierenden Spiegel. Wird hingegen beispielsweise ein dielektrischer Filter als Abschwächer vor einem empfindlichen Detektor eingesetzt, so ist dessen Transmissivität die für die Anwendung relevante Größe, die es zu ermitteln gilt.

Es gibt eine Vielzahl von Verfahren, die den Zweck haben, diese beiden zentralen Größen zu ermitteln. Der denkbar einfachste Ansatz ist es, die Meßstrahlung einmal direkt auf den Meßdetektor abzubilden und anschließend die transmittierende bzw. reflektierende Optik vor dem Detektor in den Strahlengang zu integrieren. Transmissions- bzw. Reflexionsgrad ergeben sich dann aus dem Verhältnis der beiden detektierten Meßwerte. Es ist offensichtlich, daß die Genauigkeit einer solchen Messung allein schon aufgrund möglicher Strahlleistungsänderungen zwischen den beiden Messungen erheblich eingeschränkt ist.

Der erste naheliegende Verbesserungsschritt betrifft daher eine Leistungsreferenzmessung,

für die ein zweiter Teilstrahl, dessen Leistung zum Meßstrahl in einem festen Verhältnis steht, implementiert wird. Mittels einer Kalibrierungsmessung können die Meßsignale der beiden Teilstrahlen in geeigneter Weise abgeglichen werden. Anschließend kann eine Probe in den Meßzweig eingebracht und in der folgenden Messung deren Transmissivität berechnet werden.

Die Implementierung einer Probe zwecks Reflektivitätsmessung gestaltet sich schwieriger, da der reflektierte Strahl nicht mehr dem ursprünglichen Strahlverlauf folgt. Hier bietet sich ein Konzept an, wie es 1938 von Strong erfunden wurde und bis heute eingesetzt wird [81, 107, 54], siehe Skizze in Abbildung 3.1. In einem Meßzweig befindet sich der dargestellte Aufbau. Bei der Kalibrierungsmessung wird der Proben Spiegel M entfernt und der Strahl verläuft über das linke Prisma, den Referenzspiegel R in Position 1 und schließlich das rechte Prisma zum Detektor. In der eigentlichen Messung wird die Probe am dargestellten Ort implementiert und der Referenzspiegel an die untere Position 2 umgesetzt. Der Strahl trifft nach wie vor unter gleichen Winkeln und an identischen Positionen auf die Prismen und den Referenzspiegel, und er weist sogar die gleiche Propagationslänge auf. Er wird dabei allerdings zweimal vom Proben Spiegel reflektiert, so daß das resultierende Signal um das Quadrat der Probenreflektivität ρ_M^2 kleiner ausfällt.

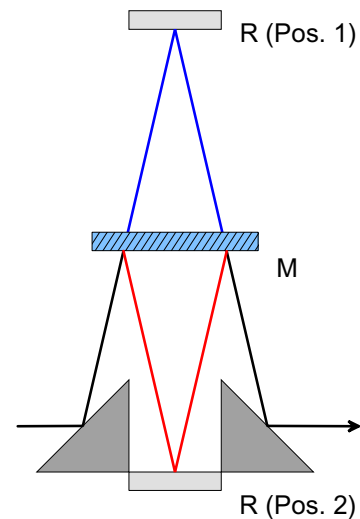


Abbildung 3.1:
Strahlführung nach Strong/Konashenok

Ein solcher Einsatz kann in herkömmlichen Spektralphotometern bequem zur Reflexionsgradmessung verwendet werden. Prinzipiell besteht jedoch das Problem, daß die typischen Meßgenauigkeiten kommerzieller Spektralphotometer im Bereich von 0.1 bis zu einigen Prozent angesiedelt sind und somit nicht die sichere meßtechnische Unterscheidung eines 99.98% reflektierenden Spiegels von einem Spiegel mit einer Reflektivität von 99.99% erlauben.

Für die hochempfindliche Untersuchung geringer Spiegelverluste eignet sich daher eher der Ansatz einer Zerfallszeitmessung [2], bei welchem der betrachtete Spiegel in einem Resonator implementiert wird. Ein Laserstrahl, der auf den Resonatoreinkoppelspiegel gerichtet ist, bewirkt im Fall der Phasenanpassung¹ des Resonators an die Laserfrequenz ω eine erheblich überhöhte Leistung im Resonator, welche als entsprechend hohe Ausgangsleistung hinter dem Austrittsspiegel zu verzeichnen ist. Wenn im Moment des Auftretens einer solchen Resonanz der einfallende Laserstrahl abgeschaltet wird, erfolgt ein näherungsweise exponentieller Abfall des Ausgangssignals $I(t) = I_0 e^{-t/\tau}$. Für kleine Resonatorverluste kann das Produkt der Spiegelreflektivitäten genähert werden als $\rho_0 \rho_1 \dots \rho_N \approx \left(1 - \frac{L}{2c\tau}\right)^2$.

Messungen mittels dieser „Cavity Decay Time“-Methode sind offensichtlich beschränkt auf Spiegeloptiken mit hohen Reflektivitäten², daher ungeeignet als ein allgemeines Verfahren

¹ $\frac{\omega L}{c} + \phi = 2n\pi$, $n \in \mathbb{N}$ mit L : Resonatorumlaufänge, c : Lichtgeschwindigkeit, ϕ : transversalmodenabhängige Phasenkonstante

² Wobei die Einschränkung weniger aus der zeitlichen Auflösung der Detektoren oder der Geschwindigkeit der optischen Schalter herrührt, als vielmehr aus den zu geringen Resonatorfinessen bei Verwendung von

zur Reflektivitätsmessung. Als Meßkonzept für den internationalen Normentwurf für die Bestimmung von Reflexions- und Transmissionsgrad einer Laseroptik mit hoher Präzision wurde daher ein anderer Ansatz gewählt, welcher im folgenden erläutert werden soll.

3.2 Das Meßverfahren nach ISO/WD 13697

Wie im vorangegangenen Text geschildert wurde, ist bei den Verfahren zur Charakterisierung von Reflektivität und Transmissivität eine meßtechnische Lücke festzustellen zwischen allgemein anwendbaren spektralphotometrischen Ansätzen von begrenzter Empfindlichkeit und Genauigkeit einerseits und höchstempfindlichen Kavitätszerfallszeitmessungen, deren Anwendbarkeit auf hochreflektierende Optikelemente eingeschränkt ist, andererseits. Um diese Lücke zu schließen und ein Meßverfahren verfügbar zu machen, welches Absolutmessungen beider Größen mit hoher Genauigkeit über einen weiten Wertebereich ermöglicht, wurde ein weiterer Ansatz im Normarbeitsentwurf ISO/WD 13697 vorgeschlagen. Dieser basiert im wesentlichen auf der Umsetzung konventioneller spektralphotometrischer Konzepte [79] auf die monofrequente Meßanwendung mit kohärenter Strahlung. Das Meßverfahren ist auch geeignet, mit geringem Mehraufwand orts- und einfallswinkelaufgelöste Messungen durchzuführen.

Im folgenden soll zunächst der prinzipielle Aufbau der Apparatur und die praktische Durchführung der Messung, wie von Voss et al. beschrieben [90], dargestellt werden. Dabei soll insbesondere die Analyse der Meßgrößen aus den detektierten Signalen detailliert erörtert werden. Anschließend erfolgt eine Diskussion unterschiedlicher Strahlführungskonzepte unter Abwägung ihrer Vor- und Nachteile. Hier werden auch jene Meßanordnungen dargestellt, die für die Durchführung orts- und winkelaufgelöster Messungen und zur Ermittlung des Transmissionsgrads geeignet sind. Basierend auf den vorgestellten Varianten werden Betrachtungen über die jeweils geeigneten Kalibrierungsprozeduren angestellt.

Der nächste Abschnitt beschäftigt sich schließlich ausführlich mit theoretischen und praktischen Betrachtungen über unterschiedliche Störeinflüsse, aus denen Abschätzungen über mögliche Meßfehlerbeiträge abgeleitet werden, die Aussagen über die zu erwartende Präzision der Meßverfahrensvarianten ermöglichen.

3.2.1 Meßanordnung und -durchführung

Der prinzipielle Meßaufbau für die Untersuchung der Probenreflektivität nach ISO/WD 13697 ist in Abbildung 3.2 wiedergegeben. Ein Laserstrahl wird von einem rotierenden Chopperspiegel mit der Winkelfrequenz ω_C moduliert. In zeitlicher Folge kann der Strahl dabei entweder den Chopper passieren (im folgenden als *Referenzstrahl* bezeichnet) und fällt dann durch die Eintrittsöffnung einer Ulbrichtkugel auf das diffuse Strahltarget, oder er wird auf den Probenspiegel reflektiert (*Meßstrahl*), von dem der Strahl wiederum ebenfalls in die Ulbrichtkugel gelangt.

Die Targetoberfläche und die Kugelfinnenwand sind diffus reflektierend und können nähe-

Komponenten geringerer Reflektivität.

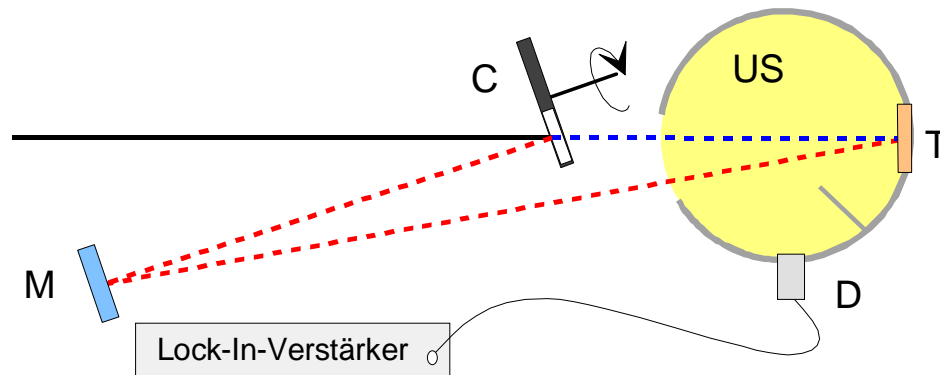


Abbildung 3.2: Prinzipskizze für Reflektivitätsmessungen nach ISO/WD 13697: C: Chopper, M: Probenspiegel, US: Ulbrichtkugel, T: Target, D: Detektor

rungsweise als Lambertstrahler ohne spekularen Reflexionsanteil betrachtet werden. Infolge diffuser Vielfachreflexionen an den Innenwänden bildet sich im idealen Fall eine homogene Leistungsdichteverteilung auf der gesamten Kugelinnenfläche aus.

Ein Detektor in der Kugel mißt die Strahlungsleistung auf der Ulbrichtkugelwand, welche den einfallenden Laserleistungen proportional ist. Der zeitliche Verlauf dieses Signals (siehe [Abbildung 3.3](#)) wird durch den periodischen Wechsel zwischen zwei Signalniveaus gekennzeichnet, deren Differenz dem Leistungsunterschied der beiden Strahlzweige proportional ist. Durch Verwendung eines Hochpaß oder den Einsatz eines Lock-In-Verstärkers kann dieser Signalniveaubehob bestimmt werden. Somit müssen nicht die großen Absolutsignale (mit entsprechend großen Absolutungenauigkeiten), sondern lediglich jener Signalanteil, welcher die relevante Information enthält, gemessen werden. Der besondere Vorteil ist, daß bei geringen Differenzen der Leistungen beider Teilstrahlen das Meßsignal mit hoher Vorverstärkung und folglich hoher Empfindlichkeit detektiert werden kann. Bei bekannter Chopperreflektivität ρ_C erlaubt dies die Bestimmung von großen Reflexionsgraden ρ_M mit hoher Auflösung.

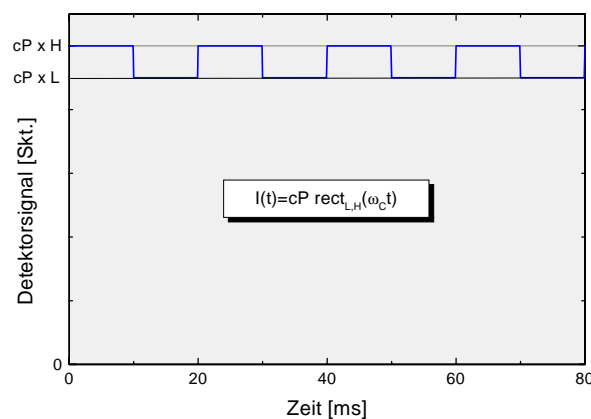


Abbildung 3.3: Schematischer Verlauf des Detektorsignals

3.2.2 Signalanalyse

Zur Ermittlung des Reflektivitätswerts aus dem verfügbaren Meßsignal soll ein einfaches Modell betrachtet werden. Der Laser emittiere einen paraxialen Strahl der Leistung P , und das Detektormeißsignal I sei mit der am Target einfallenden Leistung durch den Faktor c verknüpft. Die Leistungsübertragung der beiden Teilstrahlen auf den Detektor sei durch die Koeffizienten H, L beschrieben. Nach Einführung der Rechteckfunktion $\text{rect}_{L,H}(x)$, welche einem periodischen Wechsel zwischen den unteren Signalniveau L und dem oberen Niveau H entspricht

$$\text{rect}_{L,H}(x) := \begin{cases} H & , \quad 2n\pi \leq x < (2n+1)\pi \\ L & , \quad (2n+1)\pi \leq x < (2n+2)\pi \end{cases}, \quad n \in \mathbb{N} \quad (3.1)$$

ergibt sich für ein allgemeines Meßsignal

$$I(t) := cP \text{rect}_{L,H}(\omega_C t) \quad (3.2)$$

wobei o.B.d.A der zeitliche Nullpunkt in einen Chopperübergang gelegt wurde. Die Verarbeitung eines beliebigen Meßsignals in einem Lock-In-Verstärker (im folgenden *LI*) kann vereinfachend beschrieben werden als die Multiplikation des Signals mit einer anpaßbaren, periodischen Demodulationsfunktion und der Integration des Signalprodukts über einen Zeitraum T , der einem Vielfachen der Demodulationsperiode $2\pi/\omega$ entspricht [60]. Als Demodulationsfunktion ist in modernen Lock-In-Geräten die trigonometrische Funktion $\sin(\omega t + \varphi)$ gebräuchlich, so daß sich als Meßwert S ergibt

$$S(\omega, \varphi) = \frac{1}{T/2} \int_{-T/2}^{T/2} dt I(t) \sin(\omega t + \varphi) \quad (3.3)$$

wobei der Faktor $2/T$ aus Normierungsgründen eingefügt wurde³.

Zur Veranschaulichung ist in Abbildung 3.4 für ein Sinuseingangssignal der Frequenz ω_C die Abhängigkeit des Ausgangswert S des Lock-In-Verstärkers von der eingestellten Integrationsdauer und Demodulationsfrequenz dargestellt. Der maximale Ausgangswert ergibt sich, wenn die Demodulationsfrequenz ω der Modulationsfrequenz ω_C entspricht, während für zunehmende Differenzen der beiden Frequenzen der Wert oszillierend abfällt. Mit wachsender Integrationsdauer T nimmt dabei die Selektivität des Frequenzfilters zu. Bei einer beliebigen Phasenverzögerung des Eingangssignals zur Demodulationsfunktion ergibt sich

$$\begin{aligned} S(\omega, 0) &= \frac{1}{T/2} \int_{-T/2}^{T/2} dt \sin(\omega t + \varphi) I_0 \sin(\omega_C t) \\ &= \frac{I_0 \cos \varphi}{T/2} \int_{-T/2}^{T/2} dt \sin(\omega t) \sin(\omega_C t) + \frac{I_0 \sin \varphi}{T/2} \int_{-T/2}^{T/2} dt \sin(\omega t) \cos(\omega_C t) \\ &= \frac{I_0 \cos \varphi}{T/2} \left[\frac{\sin((\omega - \omega_C) T/2)}{\omega - \omega_C} + \frac{\sin((\omega + \omega_C) T/2)}{\omega + \omega_C} \right] + 0 \\ &= I_0 \cos \varphi + O((\omega - \omega_C) T) \end{aligned} \quad (3.4)$$

³Üblich ist ebenfalls der Wert $\sqrt{2}/T$, was bei der Demodulation einer Sinusspannung den Effektivwert ergibt.

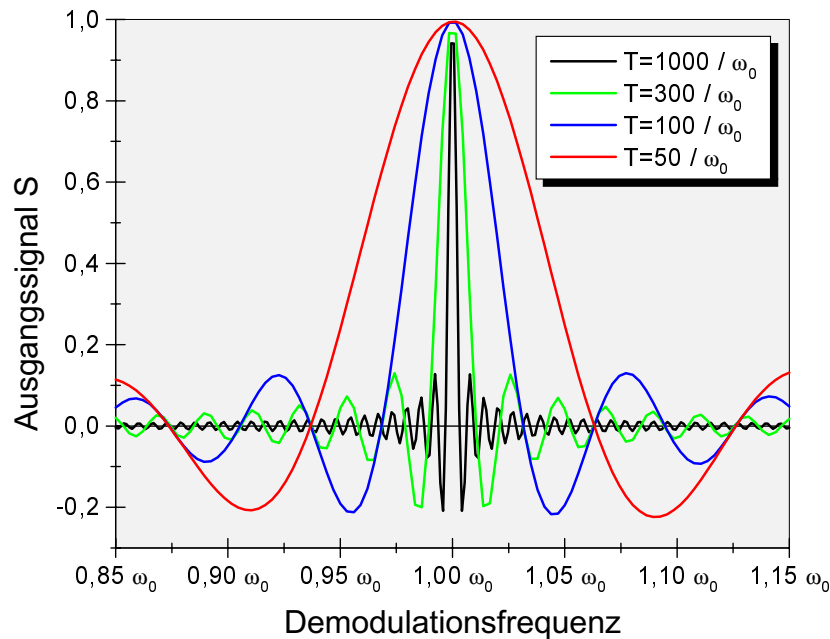


Abbildung 3.4: Einfluß von Lock-In-Frequenz und Zeitkonstante auf den Ausgangswert: $S = \frac{1}{T} \int_{-T}^T dt \sin(\omega t) \sin(\omega_0 t) = \frac{\sin((\omega - \omega_0)T)}{T(\omega - \omega_0)} + \frac{\sin((\omega + \omega_0)T)}{T(\omega + \omega_0)}$

was einen Ausgangswert 0 bei einer Phasenverschiebung des Eingangssignals um $\pi/2$ bewirkt. Es soll verabredet werden, daß in den folgenden Erörterungen die Argumente ω, φ nicht explizit notiert werden, wenn die Demodulation in Frequenz ω_C und Phase φ_C an die Modulation des Eingangssignals angepaßt ist: $S := S(\omega_C, \varphi_C)$.

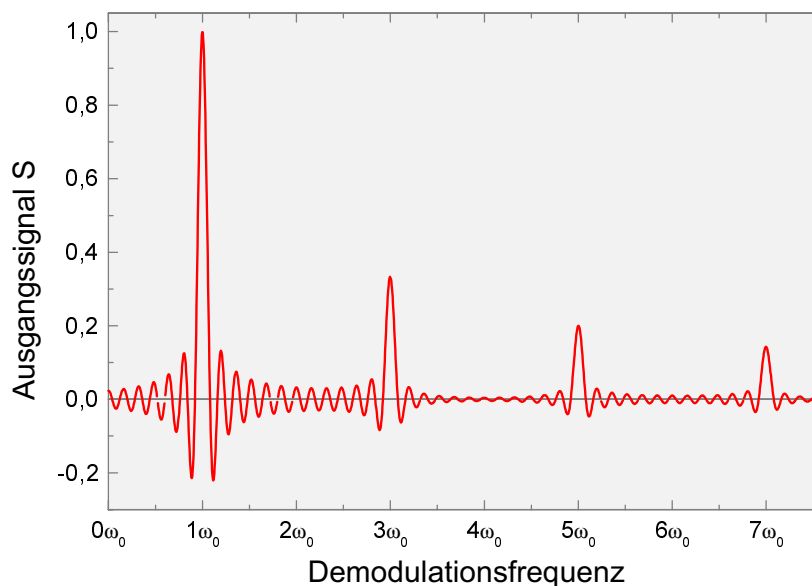


Abbildung 3.5: Einfluß von Lock-In-Frequenz auf den Ausgangswert für ein Rechteckeingangssignal

Zur Betrachtung des Ausgangswerts bei einer periodischen Rechteckfunktion als Eingangssignal ist eine trigonometrische Entwicklung sinnvoll

$$\text{rect}_{L,H}(x) = \frac{H+L}{2} + 2\frac{H-L}{\pi} \sum_{k=0}^{\infty} \frac{\sin[(2k+1)x]}{2k+1} \quad (3.5)$$

so daß sich als Ausgangswert eines LI ergibt

$$\begin{aligned} S(\omega, 0) &= \frac{1}{T/2} \int_{-T/2}^{T/2} dt \sin(\omega t) c P \text{rect}_{L,H}(\omega_C t) \\ &= \frac{cP}{T/2} \frac{2(H-L)}{\pi} \int_{-T/2}^{T/2} dt \sin(\omega t) \sum_{k=0}^{\infty} \frac{\sin[(2k+1)\omega_C t]}{2k+1} \\ &= \begin{cases} \frac{2cP}{\pi(2n+1)} (H-L) & , \quad \omega = (2n+1)\omega_C, \quad n \in \mathbb{N} \\ \sum_{k=0}^{\infty} O((\omega - (2k+1)\omega_C)T) & , \quad \text{sonst} \end{cases} \quad (3.6) \end{aligned}$$

was bedeutet, daß neben der Grundmodulation auch ungerade Oberschwingungen aus dem Rechtecksignal gefiltert werden können, wie in Abbildung 3.5 dargestellt wird. Lock-In-Verstärker älteren Typs verwenden zur Demodulation oftmals noch eine Rechteckfunktion (1, wenn $2n\pi \leq x < (2n+1)\pi$, -1, sonst), die technisch durch eine periodische Umpolung des Eingangssignals einfach realisierbar ist. Für diesem Fall wird aus der vorangegangenen Betrachtung deutlich, daß selbst rein sinusförmige Eingangssignale ungerade höhere Harmonische der Demodulationsfrequenz liefern. Um diese „Obertöne“ auszufiltern, werden in der Regel Tiefpässe in der anschließenden Signalkette integriert.

Um aus der Meßgröße S das Verhältnis der Signalniveaus L und H zu berechnen, muß das Produkt cP von Laserleistung und Detektionseffizienz bekannt sein. Eine Möglichkeit, letzteres zu ermitteln, besteht darin, eine Referenzmessung $S_0(\omega_C, 0)$ durchzuführen, in welcher ein Teilstrahl blockiert und somit ein Signalniveau fixiert wird, z.B.: $L_0 = 0$. Dann gilt bei Anpassung („Locking“) der Demodulationsfrequenz $\omega_C = \omega$ und der Phase $\varphi = 0$ für die Signalniveaueffizienten H, L

$$L/H = 1 - \frac{S}{S_0} \quad (3.7)$$

3.2.3 Leistungsreferenzmessung durch zweite Signalmodulation

Für den Fall, daß die Laserleistung P zwischen der Referenzmessung und der eigentlichen Messung nicht vernachlässigbaren Schwankungen unterliegt, ist ein anderer Ansatz möglich. Dabei wird die Laserleistung bei einer weiteren Frequenz ω_P moduliert, welche in keinem ganzzahligen Verhältnis zu ω_C steht (z.B. durch Verwendung eines Choppers oder durch eine geeignete Modulation der Pumpleistung, siehe Abbildung 3.6). Nunmehr ergibt sich unter der Annahme einer weiteren Rechteckmodulation als Detektorsignal

$$I(t) := c(\omega) P \text{rect}_{L_P, H_P}(\omega_P t) \text{rect}_{L, H}(\omega_C t) \quad (3.8)$$

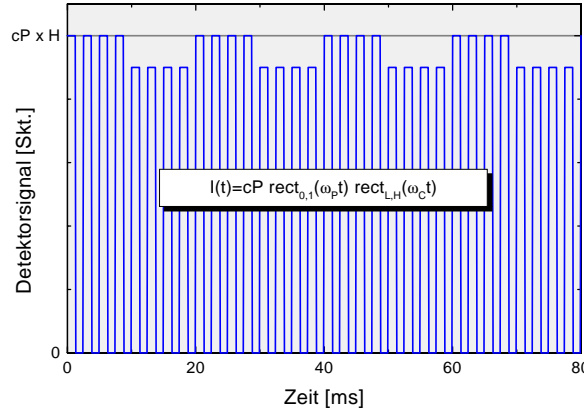


Abbildung 3.6: Schematischer Verlauf des Detektorsignals bei zusätzlicher Leistungsmodulierung

wobei mit $c(\omega)$ eine eventuelle Frequenzabhängigkeit der Signaldetektion und Signalwandlung berücksichtigt werden soll. Als Ausgangssignal des LI folgt mit $k, n \in \mathbb{N}$

$$\begin{aligned}
 S(\omega, \varphi) &= \tag{3.9} \\
 &= \frac{1}{T/2} \int_{-T/2}^{T/2} dt \sin(\omega t + \varphi) c(\omega) P \text{rect}_{Lp, Hp}(\omega_p t) \text{rect}_{L, H}(\omega_c t) \\
 &= \frac{c(\omega) P}{T/2} \int_{-T/2}^{T/2} dt \sin(\omega t + \varphi) \left(\frac{H + LHp + Lp}{2} \right) + \\
 &+ \frac{c(\omega) P}{T/2} \int_{-T/2}^{T/2} dt \sin(\omega t + \varphi) \frac{H + L}{\pi} (Hp - Lp) \sum_{k=0}^{\infty} \frac{\sin[(2k+1)\omega_p t]}{2k+1} + \\
 &+ \frac{c(\omega) P}{T/2} \int_{-T/2}^{T/2} dt \sin(\omega t + \varphi) \frac{Hp + Lp}{\pi} (H - L) \sum_{k=0}^{\infty} \frac{\sin[(2k+1)\omega_c t]}{2k+1} + \\
 &+ \frac{4c(\omega) P}{\pi^2 T/2} \int_{-T/2}^{T/2} dt \sin(\omega t + \varphi) (H - L) (Hp - Lp) \sum_{k, m=0}^{\infty} \frac{\sin(\omega_{C, k} t)}{2k+1} \frac{\sin(\omega_{P, m} t)}{2m+1} \\
 &= \frac{\cos[(\omega_{P, m} - \omega_{C, k})t] - \cos[(\omega_{P, m} + \omega_{C, k})t]}{2(2k+1)(2m+1)} \\
 &= \begin{cases} \frac{c(\omega) P (H+L)(Hp-Lp)}{2n+1} \frac{\pi}{\pi} & , \quad \omega = (2n+1) \omega_p =: \omega_{P, n}, \quad \varphi = 0, \\ \frac{c(\omega) P (H-L)(Hp+Lp)}{2n+1} \frac{\pi}{\pi} & , \quad \omega = (2n+1) \omega_c =: \omega_{C, n}, \quad \varphi = 0, \\ \frac{2c(\omega) P}{(2k+1)(2n+1)} \frac{(H-L)(Hp-Lp)}{\pi^2} & , \quad \omega = \omega_{P, k} \pm \omega_{C, n}, \quad \varphi = \pm\pi/2, \\ O(T) & , \quad \text{sonst} \end{cases}
 \end{aligned}$$

so daß bei gleichzeitiger Demodulation bei den Frequenzen ω_p , ω_c die Laserleistung P und der Detektoreffizienzfaktor $c(\omega)$ unter Verwendung der Ausgangssignale $S(\omega_p, 0)$ und $S(\omega_c, 0)$ eliminiert werden können. Wird die Leistung des Laserstrahls voll durchmoduliert mit $Lp = 0$ und $Hp = 1$, und wird eine Referenzmessung S_0 mit geblocktem Teilstrahl ($L = 0!$) durchgeführt, so ergibt sich bei phasenkorrekter Demodulation der Zusammenhang der Signalniveaus L und H als

$$L/H = \left(\frac{S(\omega_p)}{S_0(\omega_p)} - \frac{S(\omega_c)}{S_0(\omega_c)} \right) / \left(\frac{S(\omega_p)}{S_0(\omega_p)} + \frac{S(\omega_c)}{S_0(\omega_c)} \right). \tag{3.10}$$

Weiterhin liegen jetzt auch um $\pi/2$ phasenverschobene Ausgangswerte bei den Mischfrequenzen der beiden Modulationsfrequenzen ω_P , ω_C vor, was in manchen Fällen von meßtechnischem Vorteil sein kann. In diesem Fall müssen für die Auswertung nach obiger Gleichung lediglich $S(\omega_C, 0) \rightarrow S(\omega_C + \omega_P, \pi/2)$ und $S_0(\omega_C, 0) \rightarrow S_0(\omega_C + \omega_P, \pi/2)$ substituiert werden.

3.3 Strahlführungskonzepte

Im folgenden sollen unterschiedliche mögliche Anordnungen zur Messung von Reflektivität und Transmissivität dargestellt werden. Dabei sollen die jeweiligen Vorzüge und Nachteile hinsichtlich der Praktikabilität und Meßgenauigkeit unter besonderer Berücksichtigung möglicher Störeinflüsse diskutiert werden. Als solche sind u.a. Justageungenauigkeiten, Inhomogenitäten des Detektionssystems, Fehler bei der Signalmodulation und -demodulation und Probleme im Zusammenhang mit der Strahlabbildung und -propagation zu betrachten.

3.3.1 Strahlanordnung des Normentwurfs

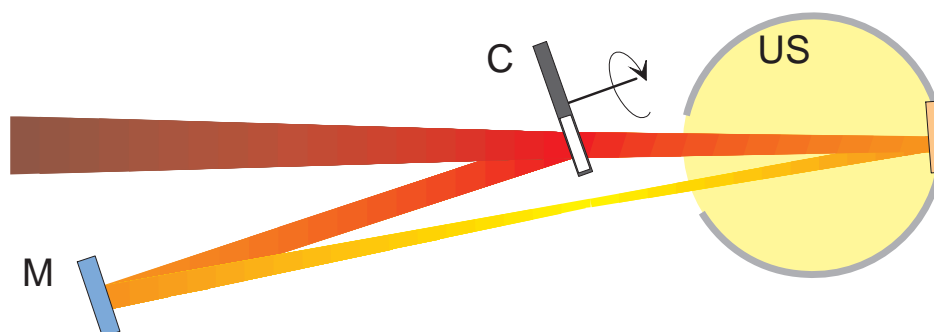


Abbildung 3.7: Prinzipskizze der Strahlpropagation für Reflektivitätsmessungen nach ISO/WD 13697: C: Chopper, M: Probenspiegel, US: Ulbrichtkugel

Bei der im Normentwurf gewählten Anordnung wird der Laserstrahl in zwei Strahlzweige aufgespalten, welche die Ulbrichtkugel aus unterschiedlichen Richtungen erreichen. Der zweifach reflektierte Meßstrahl muß dabei offensichtlich einen längeren Weg zurücklegen. Da für viele Anwendungen die Reflektivität besonders für den Reflexionswinkel 0° gemessen werden soll, muß der Winkel zwischen den beiden Teilstrahlen möglichst klein gewählt werden. Er muß aber groß genug sein, um Strahlabschneidungen sicher auszuschließen. In Abbildung 3.7 ist für die im Normvorschlag gewählte Meßanordnung ein Strahlverlauf skizziert, der so optimiert wurde, daß einerseits beide Teilstrahlen die nahezu gleiche Fläche des Targets ausleuchten, andererseits die Strahltaile des zur Ulbrichtkugel laufenden Meßstrahls in der Nähe des Choppers liegt und somit einen engen Meßwinkel ohne Strahlabschneidungseffekte ermöglicht.

Als ein prinzipielles Defizit der im Normentwurf vorgesehenen Meßanordnung ist anzuführen, daß die beiden Strahlen mit unterschiedlichen Ausbreitungswinkeln das Target erreichen

(hier: konvergenter Referenzstrahl, divergenter Meßstrahl) und wegen ihrer unterschiedlichen Eintrittspositionen eine verhältnismäßig große Aperturfläche benötigen, welche die Genauigkeit und Empfindlichkeit des Detektionssystems mindert.

Kalibrierung

Wenn S das Ausgangssignal des Lock-In-Verstärkers bei phasen- und frequenzangepaßter Demodulation darstellt, und S_0 die Referenzmessung mit geblocktem Meßteilstrahl (unterer Strahlverlauf in der Abbildung) ist, so gilt mit den Teilstrahlkoeffizienten $L = \rho_M \rho_C$ und $H = 1$ gemäß Gleichung 3.7 für die Reflektivität der Meßprobe

$$\rho_M \rho_C = 1 - \frac{S}{S_0}. \quad (3.11)$$

Für die absolute Auswertung von ρ_M muß der Reflexionsgrad ρ_C des Chopperspiegels ermittelt werden. Dies kann erfolgen, indem drei Messungen durchgeführt werden, bei denen aus einem Satz dreier Spiegel A , B , C (davon mindestens zwei Chopperspiegel) jeweils unterschiedliche Kombinationen als Chopper- und als Probenspiegel eingesetzt werden. Das ergibt ein System dreier Gleichungen, z.B. für die Produkte $\rho_A \rho_B$, $\rho_B \rho_C$ und $\rho_C \rho_A$, welches gelöst werden kann unter Ausnutzung der Identität

$$\rho_C = \sqrt{\frac{(\rho_B \rho_C) (\rho_C \rho_A)}{(\rho_A \rho_B)}} \quad (3.12)$$

womit die Absolutberechnung der Spiegelreflektivitäten möglich wird.

3.3.2 Transmissivitätsmessungen

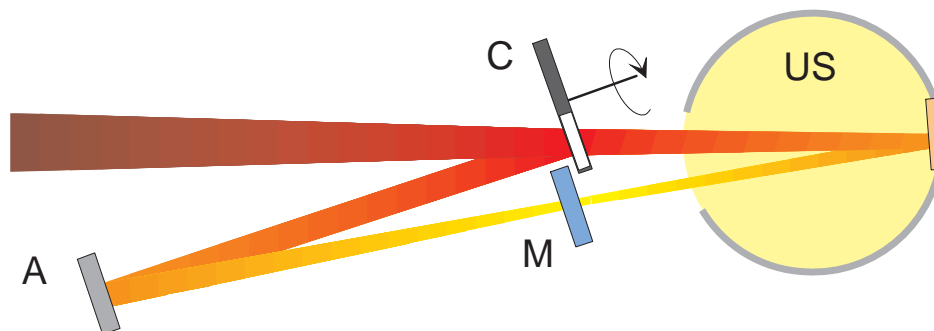


Abbildung 3.8: Prinzipskizze für Transmissionsgradmessungen gemäß ISO/WD 13697: C: Chopper, M: Probenspiegel, A: Hilfsspiegel, US: Ulbrichtkugel

Für die Durchführung von Transmissivitätsmessungen sieht der Normentwurf einen Aufbau vor, der auf dem Reflexionsmeßaufbau basiert. An die Probenspiegelposition wird allerdings nunmehr ein Hilfsspiegel A mit vorher zu bestimmender Reflektivität ρ_A positioniert, während die Meßprobe M zwischen diesen Hilfsspiegel und den Kugelport gestellt wird. Führt

man die Messung S in dieser Anordnung durch und blockiert für die anschließende Messung S_0 den Probenstrahl (z.B. mit einem Strahlblock an Meßprobenposition), so ergibt sich mit den Teilstrahlkoeffizienten $L = \tau_M \rho_A \rho_C$ und $H = 1$ gemäß Gleichung 3.7 der Transmissionsgrad als

$$\tau_M = \frac{1}{\rho_C \rho_A} \left(1 - \frac{S}{S_0} \right). \quad (3.13)$$

Es ist offensichtlich, daß die prinzipiell hohe Meßempfindlichkeit der Apparatur nur für solche Meßproben mit einer hohen Transmissivität ausgenutzt werden kann.

3.3.3 Reflektometervariante mit akusto-optischer Strahlmodulation

Basierend auf dem Meßkonzept von ISO/WD 13697 wurde an der Hochschule für Technik und Wirtschaft in Mittweida (HTW) eine modifizierte Apparatur aufgebaut [55], bei der die periodische Strahlumlenkung nicht mit einem rotierenden Chopperspiegel, sondern mittels eines akusto-optischen Modulators (AOM) vorgenommen wird. Die Anordnung ist in Abbildung 3.9 skizziert. Die Amplitude der den AOM speisenden Hochfrequenzspannung wird periodisch so moduliert, daß der einfallende Laserstrahl abwechselnd in nullter oder erster Beugungsordnung den AOM verläßt. Da höhere Beugungsordnungen nicht vollständig unterdrückt werden können, weisen die so entstehenden Teilstrahlen ungleiche Leistungen auf, deren Verhältnis allerdings als Gerätekonstante angesetzt werden kann. Beide Strahlzweige passieren die Ulbrichtkugel und treffen auf die Meßprobe M bzw. einen Hilfsspiegel A , welche die Strahlung in die Integrationskugel abbilden. Der Ausgangswert des Lock-In-Verstärker kann dann beschrieben werden als

$$\begin{aligned} S &= c_H \rho_A P - c_L \rho_M P \\ S_R &= c_H \rho_A P - c_L \rho_R P \\ S_0 &= -c_H \rho_R P \end{aligned} \quad (3.14)$$

wenn S_R bestimmt wird mit einem Referenzspiegel R als Probe und wenn S_0 ohne eine Meßprobe ermittelt wird. Für die Probenreflektivität gilt somit bezogen auf den Referenzspiegel

$$\rho_M = \rho_R \left(1 - \frac{S - S_R}{S_0} \right).$$

Als offensichtlicher Nachteil dieses Meßansatzes ist zu nennen, daß Absolutmessungen nur unter Verwendung eines anderweitig kalibrierten Referenzspiegels möglich sind. Ein wesentlicher Vorteil ist hingegen der Umstand, daß die Strahlmodulation ohne mechanisch bewegte Elemente (Chopper) durchgeführt wird, was einerseits eine Reihe möglicher Fehlerquellen eliminiert, andererseits auch die Verwendung vielfach höherer Modulationsfrequenzen erlaubt, was das Signalrauschen günstig beeinflusst.

3.3.4 Strahlanordnung angeglicher Propagationslängen

Ein anderer Meßansatz ist in Abbildung 3.10 schematisch dargestellt. Hier wird die Meßprobe direkt hinter dem Chopperspiegel positioniert, so daß der die Probe erreichende Teilstrahl wieder durch die Chopperöffnung zurückläuft und lediglich mit einem sehr kleinen

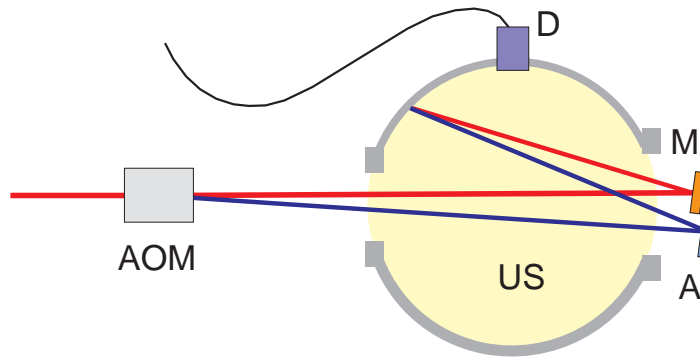


Abbildung 3.9: Reflektometeraufbau mit AOM, nach Koschade et al. [55]

Orts- und Winkelversatz zum Referenzstrahl zur Ulbrichtkugel propagiert. Im Gegensatz zur Anordnung des Normvorschlags wird bei dieser Modifikation der Strahlführung sichergestellt, daß beide Teilstrahlen mit nahezu identischen Eintreffwinkeln und -orten und gleichen Strahldurchmessern und -divergenzen in die Kugel laufen, so daß für beide die gleiche Detektoreffizienz angenommen und die Meßgenauigkeit deutlich erhöht werden kann. Die Strahltaillenposition kann geeignet gewählt werden, wobei vor allem zwei Beispiele kurz genannt werden sollen:

- Der Strahl kann auf die Probe fokussiert werden und ermöglicht dabei eine Reflektivitätsmessung mit hoher örtlicher Auflösung. Eine solche Anordnung ist in 3.10 skizziert.
- Die Strahltaille kann an den Eintrittsort der Ulbrichtkugel gelegt werden. Das ermöglicht bei einer kleiner wählbaren Apertur verbesserte Detektionseigenschaften. Die gemessene Reflektivität der Probe wird in diesem Fall über eine größere Fläche gemittelt.

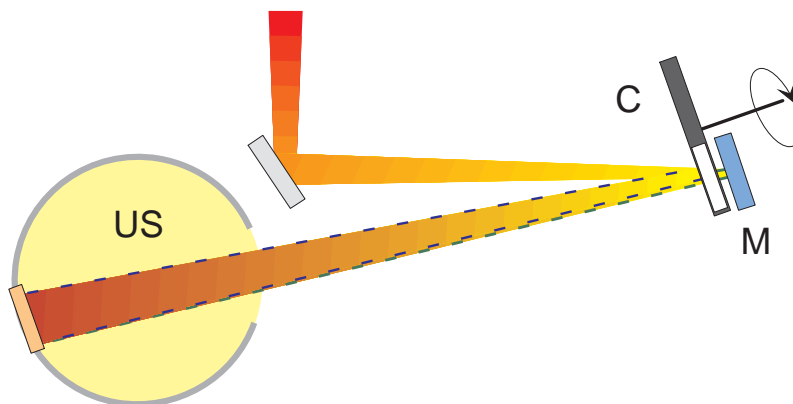


Abbildung 3.10: Prinzipskizze für Reflektivitätsmessungen mit modifizierter Strahlführung: C: Chopper, M: Probenspiegel, US: Ulbrichtkugel, T: Target, D: Detektor

Für die Auswertung bei der Grundfrequenz des Choppers gilt mit den Teilstrahlkoeffizienten $L = \rho_M$ und $H = \rho_C$ gemäß Gleichung 3.7 für die Reflektivität der Meßprobe

$$\frac{\rho_M}{\rho_C} = 1 - \frac{S}{S_0} \quad (3.15)$$

so daß jetzt auf der linken Seite der Gleichung nicht mehr wie in Gleichung 3.11 das Produkt der Reflektivitäten, sondern deren Quotient steht. Das Referenzsignal S_0 kann bestimmt werden, indem eine Messung ohne die Meßprobe durchgeführt wird ($L_0 = 0$).

Der wesentliche Nachteil dieser Meßanordnung besteht in der Tatsache, daß im Gegensatz zum Aufbau des Normvorschlags keine inhärente Absolutkalibrierung möglich ist. Führt man analog zum im vorangegangenen Abschnitt beschriebenen Kalibrationsverfahren Meßserien mit unterschiedlich permutierten Spiegelpaarungen durch, so ergibt sich lediglich ein System von linear abhängigen Gleichungen, welche nicht die Bestimmung der Absolutreflektivitäten erlauben.

3.3.5 Kombinationskonzept

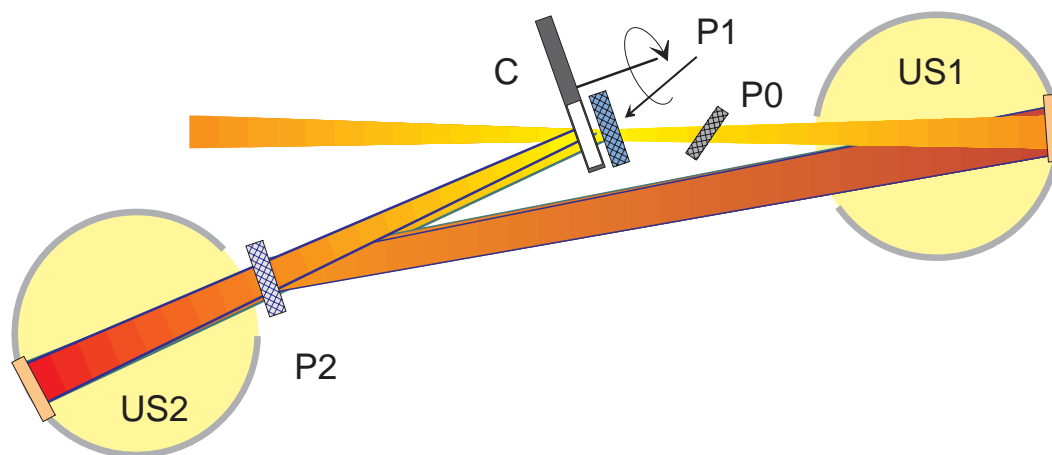


Abbildung 3.11: Prinzipskizze für Kombinationsanordnung zur Reflektivitätsmessung: C: Chopper, Probenspiegel entweder bei Position P1 oder P2, P0: Position für optionalen Strahlblock, US: Ulbrichtkugel

In Abbildung 3.11 ist eine kombinierte Versuchsanordnung skizziert, die es erlaubt, durch einen einfachen Eingriff zwischen den beiden bisher diskutierten Meßansätzen zu wechseln. Bleiben die Positionen P_0, P_1 frei und ist die Meßprobe bei P_2 positioniert, so handelt es sich um die in ISO/WD 13697 beschriebene Anordnung, und die Teilstrahlen werden in der rechten Ulbrichtkugel detektiert. Wird die Meßprobe jedoch bei P_1 plaziert, so liegt der in Abschnitt 3.3.4 beschriebene Ansatz vor, bei dem beide Teilstrahlen nahezu gleiche Propagationswege aufweisen. Für diese Anordnung werden die Signale in der Ulbrichtkugel US2 erfaßt. Der große Vorteil ist, daß der einmal einjustierte Chopperspiegel an seiner Position für alle erforderlichen Messungen unverändert stehen bleiben kann.

Die folgende Tabelle gibt eine Übersicht über die möglichen Komponentenarrangements, welche für die Reflektivitäts-, Transmissivitäts- und Kalibrationsmessungen notwendig sind.

Die an den unterschiedlichen Probenpositionen $P0$, $P1$, $P2$ platzierten Komponenten sowie die jeweils genutzte Ulbrichtkugel werden genannt, und zusätzlich werden auch die Signalniveaukoeffizienten H und L angegeben, mit denen die Detektorsignale gemäß Gleichung 3.2 beschrieben werden können.

	$P0$	$P1$	$P2$	Signalniveau H	Signalniveau L	Kugel
S	-(BD)	M	-(A)	ρ_C ($\rho_C\rho_A$)	ρ_M ($\rho_M\rho_A$)	US2 (US1)
S_0	-(BD)	-	-(A)	ρ_C ($\rho_C\rho_A$)	0	US2 (US1)
S_T	M	-	A	τ_M	$\rho_C\rho_A$	US1
$S_{T,0}$	-	-	BD	1	0	US1
S_C	-	-	M	$\rho_C\rho_M$	1	US1
$S_{C,0}$	BD	-	M	$\rho_C\rho_M$	0	US1

BD: Strahlblock, A: Hilfsspiegel M: Meßprobe

Tabelle 3.1: Probenanordnungen im Kombinationsaufbau

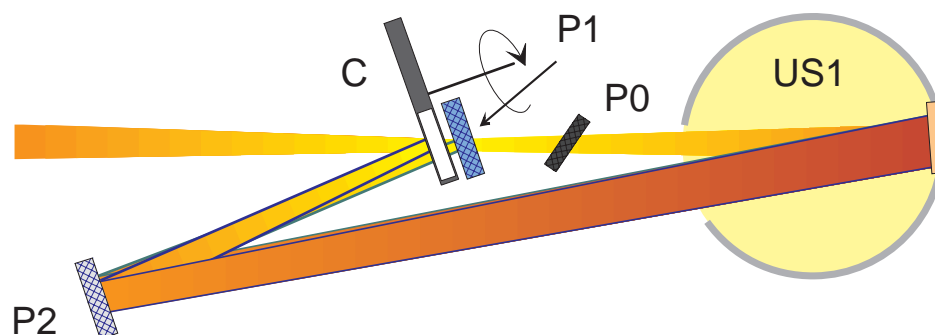


Abbildung 3.12: Prinzipskizze für vereinfachte Kombinationsanordnung zur Reflektivitätsmessung: C: Chopper, Probenspiegel entweder bei Position P1 oder P2, P0: Position für optionalen Strahlblock, US: Ulbrichtkugel

Falls notwendig, kann die Phasenanpassung des Lock-In-Verstärkers anhand der Messung S_0 erfolgen. Für die Messung des Reflexionsgrads ρ_M gilt

$$\rho_M = \rho_C \left(1 - \frac{S}{S_0} \right) \quad (3.16)$$

für den Transmissionsgrad

$$\tau_M = \frac{S_T}{S_{T,0}} + \rho_C\rho_A \quad (3.17)$$

wobei ρ_A die Reflektivität des verwendeten Hilfsspiegels A bezeichnet.

Die Berechnung der Chopperreflektivität ρ_C erfolgt schließlich unter Zuhilfenahme der Kalibrationsmessungen:

$$\rho_C^{-2} = \left(1 - \frac{S}{S_0}\right) \left(1 - \frac{S_C}{S_{C,0}}\right). \quad (3.18)$$

Analoge Betrachtungen lassen sich auch für die Messung mit zusätzlicher Leistungsmodulation durchführen.

Nachdem die Chopperreflektivität R_C einmal ermittelt worden ist, können mittels beider Aufbauvarianten, vorzugsweise jedoch der Anordnung identischer Propagationslängen, absolute Reflektivitätsmessungen erfolgen. Für Transmissionsgradmessungen hingegen ist lediglich die Normentwurfsanordnung praktikabel, da separierte Teilstrahlen notwendig sind.

Um den apparativen Aufwand zu verringern, kann als US1 und US2 dieselbe Ulbrichtkugel an der jeweils erforderlichen Position eingesetzt werden. Es muß betont werden, daß auch zwei völlig unterschiedliche Ulbrichtkugeln mit verschiedenen Detektionseffizienzen ohne Genauigkeitseinbußen verwendet werden können, da die Messungspaare S/S_0 , S_T/S_{T_0} und $S_C/S_{C,0}$ völlig unabhängig voneinander ermittelt werden und die Detektoreffizienzen und Laserleistungen bei der Quotientenbildung jeweils herausfallen.

Eine weitere Vereinfachung soll benannt werden, mit der das Umpositionieren der Ulbrichtkugel (US1 \longleftrightarrow US2) bzw. der Einsatz von zwei Kugeln vermieden werden kann. Dazu wird bei jenen Messungen, bei denen die Kugel US2 benötigt wird, ein Hilfsspiegel A an der Position $P2$ eingefügt, welcher die beiden einfallenden Teilstrahlen auf das Target in der Kugel US1 umlenkt (siehe Abbildung 3.12). Wenn dabei beide Teilstrahlen nahezu die gleiche Fläche des Hilfsspiegels bestrahlen⁴, und dieser darüber hinaus eine gute Homogenität aufweist, ist dessen Reflektivität ρ_A irrelevant, da beide Teilstrahlen im gleichen Grad reflektiert werden. Die Probenpositionierungen für diese vereinfachte Anordnung sind, insofern abweichend von der Variante mit zwei Ulbrichtkugeln, in der Tabelle 3.1 eingeklammert aufgeführt.

3.3.6 Konzept der direkten Messung

Ein wesentlicher Aspekt bei der Messung des Reflexions- und Transmissionsgrads ist die Forderung, daß die ermittelten Werte nicht nur relativ, sondern absolut genau sind. In den vorangegangenen Abschnitten wurde daher erläutert, mit welchen Methoden der Reflexionsgrad der Chopperspiegel, gegenüber denen die Meßproben referenziert werden, bestimmt werden kann. Im folgenden soll eine Variante vorgestellt werden, bei welcher keinerlei Referenzreflektivität bekannt sein muß, um den absoluten Reflexionsgrad einer Meßprobe zu

⁴Beispielsweise gilt bei etwa gleichen Abständen l_{AP} zwischen Chopper und Probenposition P und l_{AT} zwischen Chopper und dem Target in der Kugel für den Versatz δ der Strahlflecken auf dem Spiegel an Position P :

$$\delta \approx \alpha \Delta / 3$$

wobei Δ den Abstand zwischen Chopperspiegel und Probenposition P' bezeichnet. Für typische Werte wie $\alpha = 3^\circ$ und $\Delta = 2.5$ cm folgt damit ein Strahlversatz von ca. 0.9 mm.

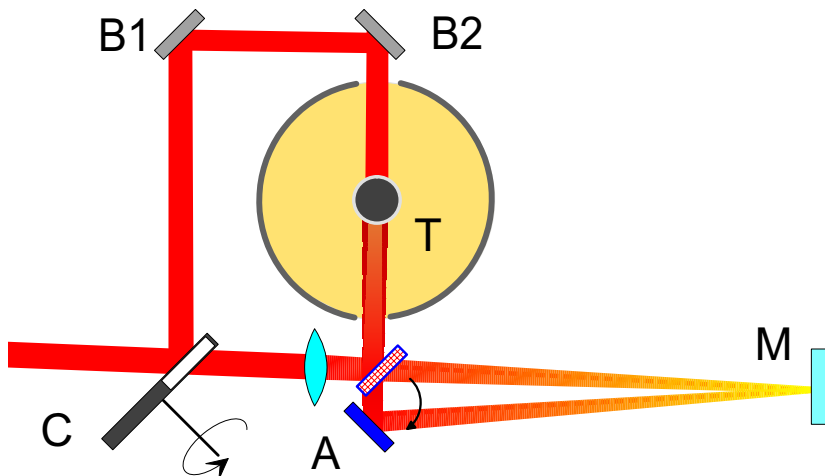


Abbildung 3.13: Alternativer Aufbau für absolute Reflektivitätsmessungen: C: Chopper, M: Probenreflektor, US: Ulbrichtkugel, T: Target, D: Detektor, A: Referenzspiegel, B1, B2: Hilfsspiegel

bestimmen. Die Anordnung ist in [Abbildung 3.13](#) dargestellt. Zur Absolutbestimmung der Probenreflektivität sind drei Einzelmessungen notwendig. Zur Erläuterung werden auch hier die Signalniveaukoeffizienten H und L angegeben, mit denen die Detektorsignale nach [Gleichung 3.2](#) beschrieben werden können (τ_L : Transmissivität der optional verwendeten Linse).

	Klappspiegel (A)	Probe (M)	Signalniveau H	Signalniveau L
S	untere Position	eingebaut	$\rho_M \rho_A \tau_L$	$\rho_C \rho_{B1} \rho_{B2}$
S_0	untere Position	ausgebaut	0	$\rho_C \rho_{B1} \rho_{B2}$
S'_0	obere Position	-	$\rho_A \tau_L$	0
S_R	obere Position	-	$\rho_A \tau_L$	$\rho_C \rho_{B1} \rho_{B2}$

Tabelle 3.2: Probenanordnungen beim „Direktmeßkonzept“

S_0 wird bei blockiertem Referenzstrahlzweig (in der Zeichnung oberer Strahlverlauf) durchgeführt. Bei der Konstruktion der Klappvorrichtung für den Spiegel A ist sicherzustellen, daß sowohl in der unteren als auch in der oberen Position der Laserstrahl unter gleichen Winkeln und am gleichen Ort auftrifft, und dabei den Strahl auf die jeweils gleiche Targetfläche in der Kugel lenkt. Die Messung S_0 eignet sich, um eine Phasenanpassung des Lock-In-Verstärkers vorzunehmen. ρ_{B1} und ρ_{B2} bezeichnen die Reflektivitäten der zusätzlich eingezeichneten Hilfsspiegel, deren Werte für die Messung allerdings nicht relevant sind.

Die Reflektivität der Meßprobe ergibt sich aus

$$\rho_M = \frac{1 - S/S_0}{1 - S_R/S_0} \quad (3.19)$$

wobei der Quotient S_R/S_0 im Prinzip eine Gerätekonstante darstellt, die einmalig bestimmt werden kann. Alternativ ist auch die Berechnung nach folgender Formel möglich:

$$\rho_M = \frac{S - S_R}{S'_0}. \quad (3.20)$$

Vorteilhafterweise spielen bei diesem Meßkonzept eventuell vorhandene Asymmetrien der Detektorempfindlichkeit in der Kugel keine Rolle, da sie bei dieser Form der Signalauswertung herausfallen.

3.3.7 Ortsaufgelöste Messungen

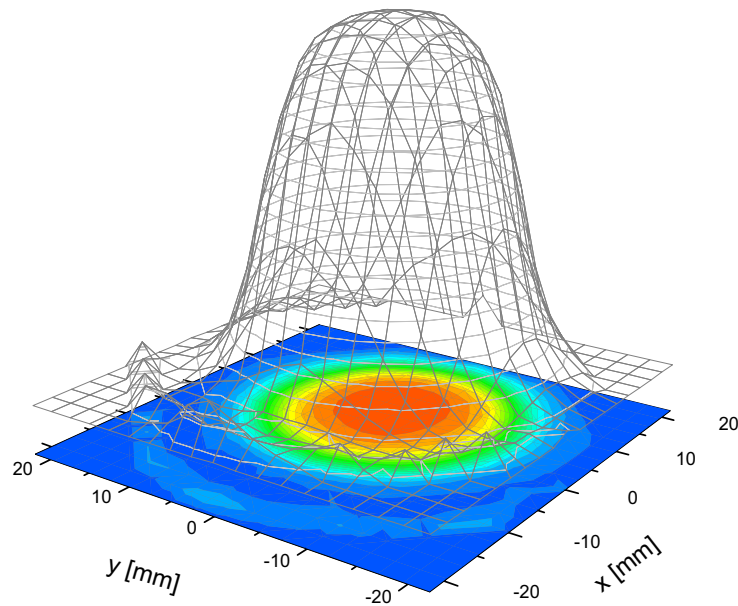


Abbildung 3.14: Reflexionsverlauf einer VRM-Optik, $\lambda = 10.6\mu\text{m}$

Da die Messung eines einzelnen Reflektivitätswerts mit verhältnismäßig geringem Zeitaufwand durchgeführt werden kann, ist es naheliegend, auch örtlich aufgelöste Messungen durchzuführen, bei denen die Probe auf einem Translationstisch verschoben wird, und somit ein Reflektivitätsprofil der Probenoberfläche zu erstellen. Dazu können im Prinzip alle bisher diskutierten Aufbauvarianten eingesetzt werden, wobei es jedoch offensichtlich vorteilhaft ist, eine solche Strahlanordnung zu wählen, bei welcher der Strahldurchmesser auf der Probenoberfläche möglichst klein ist.

Anwendungsbeispiel VRM-Charakterisierung

Reflexionsprofilmessungen sind von größter Wichtigkeit bei der Charakterisierung von Spiegeln variabler Reflektivität (Variable Reflectivity Mirrors, VRMs), welche für die Umsetzung

moderner Konzepte instabiler Resonatoren mit sehr guten Strahleigenschaften Verwendung finden. Die Fertigung solcher VRMs erfolgt in Beschichtungsprozessen, bei denen die Optiken sich auf optimierten Bahnen bewegen und von Aperturen abgeschattet werden, deren Geometrien an die angestrebten Reflektivitätsprofile angepaßt sind. In Abb. 3.14 ist eine Beispielmessung an einem solchen im Laser Zentrum Hannover erstellten Spiegels variabler Reflektivität dargestellt. Der gemessene Reflektivitätsverlauf stimmt gut mit dem angestrebten Beschichtungsdesign (Supergaußprofil) überein.

3.3.8 Winkelaufgelöste Reflexionsmessungen

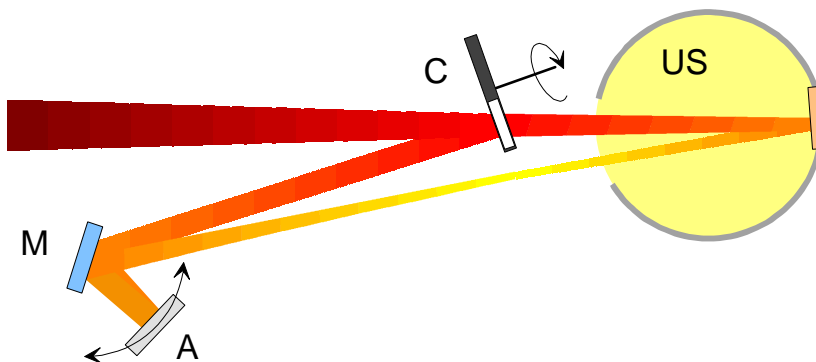


Abbildung 3.15: Winkelabhängige Reflektivitätsmessungen nach ISO/WD 13697: C: Chopper, M: Proben Spiegel, US: Ulbrichtkugel, T: Target, D: Detektor, Referenzspiegel

Die Möglichkeit, den Reflexionsgrad einer Laseroptik auch bei deutlich von senkrechtem Strahleinfall abweichenden Winkeln zu untersuchen, ist in ISO/WD 13697 bereits vorgesehen. Zu diesem Zweck wird die Grundanordnung der Apparatur gemäß Abbildung 3.15 variiert. Der auf die drehbare Meßprobe M einfallende Laserteilstrahl wird nunmehr auf den Hilfsspiegel A weitergeleitet. Dieser ist so justiert, daß der Laserstrahl auf M zurückgeworfen wird und in die Ulbrichtkugel läuft. Mit den Teilstrahlkoeffizienten $L = \rho_M^2 \rho_A \rho_C$ und $H = 1$ folgt gemäß Gleichung 3.7 als Zusammenhang zwischen den Reflektivitäten und den (mit ungeblocktem und geblocktem Meßstrahl ermittelten) Ausgangssignalen S , S_0

$$\rho_M^2 = \frac{1}{\rho_A \rho_C} \left(1 - \frac{S}{S_0} \right). \quad (3.21)$$

Daß die Probenreflektivität als quadratischer Term auftritt, folgt aus der zweimaligen Reflexion des Teilstrahls an M und birgt den Vorteil, daß die Meßunsicherheit bei der Bestimmung von ρ_M halbiert wird. Der Nachteil dieser Anordnung ist darin zu sehen, daß, wie schon bei der einfachen Normentwurf-Anordnung zur Messung bei nahezu senkrechtem Einfall dargestellt wurde, der Unterschied der Propagationslängen beider Teilstrahlen erheblich ist. Sich daraus ergebende mögliche Asymmetrien der Detektionsempfindlichkeit für die beiden Teilstrahlen können die Meßunsicherheit drastisch erhöhen.

Angeichts dieser Problematik soll ein alternatives Konzept angeführt werden, welches von Castellini und anderen vorgestellt wurde [17]. Das Meßprinzip wird in Abbildung 3.16 dargestellt. Mittels eines Strahlteilers wird die für die Untersuchung verfügbare Strahlung in

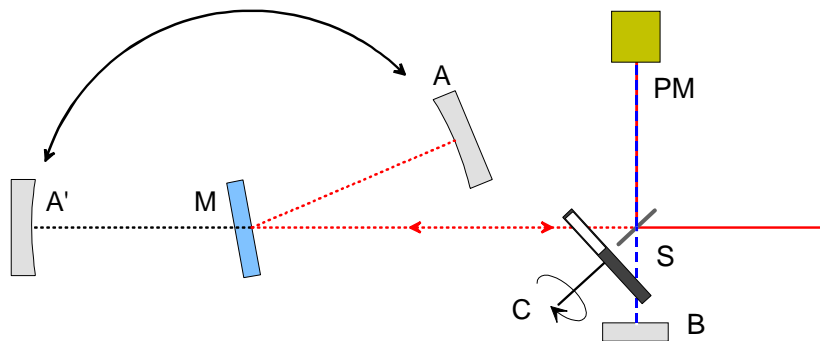


Abbildung 3.16: Alternatives Konzept für winkelabhängige Reflektivitätsmessungen nach Castellini et al.: C: Chopper, M: Probenspiegel, PM: Photomultiplier, S: Strahlteiler, A: Referenzspiegel, B: Hilfsspiegel

zwei etwa gleiche Anteile aufgespalten. Der transmittierte Anteil läuft dabei zur Meßprobe M , von der er auf den Hilfsspiegel A reflektiert wird. M und A sind so justiert, daß der Strahl in sich selbst abgebildet wird und zum Strahlteiler zurückläuft. Entsprechend des Strahlteilungsverhältnisses wird wiederum ein Teil ausgekoppelt und trifft auf den Detektor (z.B. Photomultiplier). Der eingangs ausgekoppelte Referenzstrahl läuft zu dem Hilfsspiegel B , der den Strahl auf den Strahlteiler zurückwirft, wobei ein Anteil transmittiert wird und auf den Detektor trifft. Ein Chopper C ist so in den Strahlengang integriert, daß abwechselnd entweder der Meß- oder der Referenzstrahl blockiert wird. Ähnlich wie in Abschnitt 3.3.6 werden drei Messungen durchgeführt.

1. Eine Messung S_0 mit geblocktem Meßstrahl. Bei dieser Messung soll die Phase der Signaldemodulation auf das größtmögliche Ausgangssignal angepaßt werden. Alternativ kann auch die Messung S'_0 mit geblocktem Referenzstrahl durchgeführt werden.
2. Eine Messung S_R mit dem drehbaren Referenzspiegel an Position A' und ohne Meßprobe.
3. Eine Messung S mit dem drehbaren Referenzspiegel an Position A und eingebauter Meßprobe M . Es muß sichergestellt sein, daß in beiden Anordnungsvarianten der Hilfsspiegel A am gleichen Ort bestrahlt wird und daß die jeweils reflektierten Strahlen dieselbe Detektorposition erreichen.

Für die Reflektivität der Meßprobe gilt dann

$$\rho_M^2 = \frac{1 - S/S_0}{1 - S_R/S_0} \quad (3.22)$$

bzw.

$$\rho_M^2 = 1 + \frac{S - S_R}{S'_0} \quad (3.23)$$

d.h. auch hier ist die Kenntnis der Reflektivitäten der eingesetzten Hilfs-, Referenz- und Strahlteilerspiegel nicht erforderlich für die Absolutbestimmung des Reflexionsgrads.

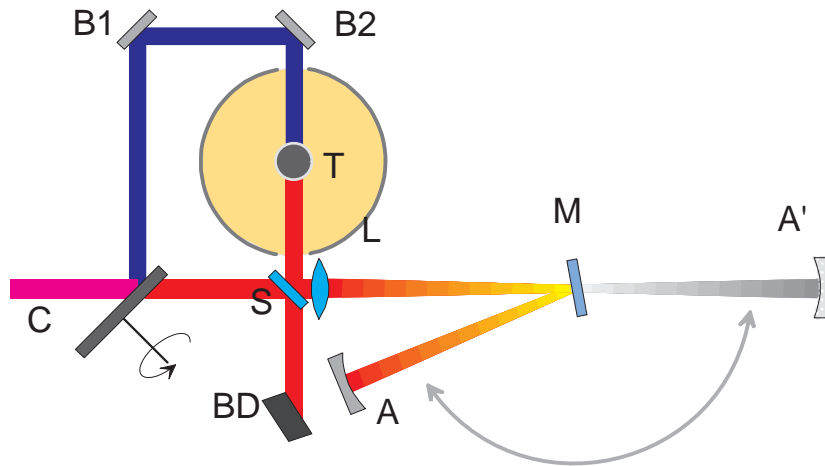


Abbildung 3.17: Konzeptvariante für winkelabhängige Reflektivitätsmessungen: C: Chopper, M: Probenspiegel, T: Target, S: Strahlteiler, A: Referenzspiegel, B1,B2: Hilfsspiegel

Als ein wesentliches praktisches Problem dieser Anordnung sind Messungenauigkeiten, die im Zusammenhang mit der Strahlmodulation stehen, zu nennen. Diese resultieren einerseits aus der Schwierigkeit, beide Teilstrahlen um exakt eine halbe Periode versetzt zu „zerhacken“. Andererseits bewirken Justagefehler im Meßstrahlzweig, daß der Strahl nicht exakt auf sich selbst abgebildet wird und daher mit einem geringen Versatz zum Chopper zurückläuft, der eine partielle Strahlabschneidung verursacht. Als Optimierung bietet sich daher eine Kombination dieses Ansatzes mit dem in [Abbildung 3.13](#) skizzierten Meßkonzept an, welche in [3.17](#) dargestellt ist. Die oben genannten durch den Chopper ausgelösten Meßunsicherheiten (Strahlversatz, Phasenfehler) treten hier nicht auf. Die notwendigen Einzelmessungen sind dabei

	Drehspiegel	Probe (M)	Signalniveau H	Signalniveau L
S	Position A	eingebaut	$\rho_M^2 \rho_A \tau_L$	$\rho_C \rho_{B1} \rho_{B2}$
S ₀	Position A	ausgebaut	0	$\rho_C \rho_{B1} \rho_{B2}$
S' ₀	Position A'	ausgebaut	$\rho_A \tau_L$	0
S _R	Position A'	ausgebaut	$\rho_A \tau_L$	$\rho_C \rho_{B1} \rho_{B2}$

Tabelle 3.3: Probenanordnungen im modifizierten Castellinaufbau

und für die Probenreflektivität ergibt sich daraus wie im zuvor beschriebenen Aufbau

$$\rho_M^2 = \frac{1 - S/S_0}{1 - S_R/S_0} \quad (3.24)$$

bzw.

$$\rho_M^2 = 1 + \frac{S - S_R}{S'_0} \quad (3.25)$$

Welche der beiden Formeln hier (und entsprechend im Abschnitt 3.3.6) für die Reflexionsgradberechnung zu bevorzugen ist, bzw. welche Vollsignalmessung durchgeführt wird (S_0 oder S'_0), sollte im Einzelfall unter den Gesichtspunkten geringster möglicher Fehlereinträge entschieden werden. Bei der Abwägung sollten die Aspekte der Laserleistungsschwankungen, des Umbaufwand und der unterschiedlichen Reproduzierbarkeiten der jeweiligen Einzelmessungen Berücksichtigung finden.

3.4 Abschätzung von Fehlereinträgen

Im folgenden soll abgeschätzt werden, in welchem Umfang bei der Durchführung praktischer Messungen unterschiedliche Fehlerquellen zu einer Verfälschung des Meßergebnisses beitragen können. Die Diskussion soll dabei in drei Abschnitte gegliedert werden, welche sich mit den Eigenschaften der verwendeten Strahlung, den Eigenschaften der Modulationseinheit (Chopper) und den Eigenschaften des Signalerfassungssystems (Ulbrichtkugel, Detektor, Lock-In-Verstärker) befassen.

3.4.1 Laserstrahl

Im Vergleich zu herkömmlichen Spektralphotometern weisen die Meßaufbauten im Normentwurf ISO/WD 13697 und den anderen angeführten modifizierten Meßkonzepten entscheidende Vorteile auf, die sich aus den Eigenschaften der eingesetzten Strahlung ableiten. Da als Strahlquellen Laser verwendet werden, können die notwendigen Strahlführungselemente für die Laserwellenlängen optimiert werden. Vor allem aber der für gewöhnlich sehr geringe Ausbreitungswinkel der Laserstrahlen ist als ein wesentlicher Vorzug zu nennen, der eine höhere Flexibilität bei der Strahlführungsanordnung ermöglicht.

Strahlanpassung

Dabei muß die Tatsache Beachtung finden, daß selbst Laserstrahlen keine ideal kollimierten, paraxialen Verläufe aufweisen, sondern vielmehr durch eine Strahltaille und eine nichtverschwindende Divergenz gekennzeichnet sind. Das Produkt von Strahldurchmesser $d_{\sigma,0}$ am Ort z_0 der Strahltaille und des Divergenzwinkel Θ_{σ} (Strahlparameterprodukt) ist dabei eine Strahlgröße, die hinsichtlich der optischen Abbildung des Strahles erhalten bleibt. Es legt die Beugungsmaßzahl M^2 und den Strahlpropagationsfaktor k fest, welche den Laserstrahl charakterisieren [45, 46, 53]:

$$M^2 = \frac{1}{k} = \frac{\pi}{4\lambda} d_{\sigma,0} \Theta_{\sigma}. \quad (3.26)$$

Für den Fall, daß der Strahl beschrieben werden kann als transversaler Grundmode eines konfokalen Resonators (Gauß-Strahl), gilt $M^2 = 1 = k$, sonst $M^2 > 1 > k$. Dies legt für jeden Strahldivergenzwinkel einen für eine Wellenlänge minimal realisierbaren Strahldurchmesser fest. Für einen Strahltaillendurchmesser $d_{\sigma,0} = 1 \text{ mm}$ bei der Wellenlänge $\lambda = 1064 \text{ nm}$ gilt beispielsweise, daß sich der Strahldurchmesser bereits in einem Meter Entfernung von der Strahltaille mindestens verdoppelt hat.

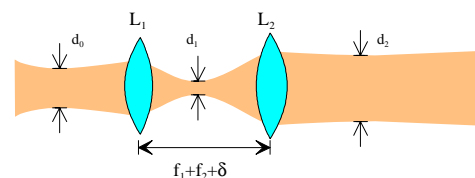


Abbildung 3.18: Strahlverlaufsanpassung

Für die Konzeption der Meßanordnung muß vor diesem Hintergrund einerseits die Strahldivergenz und die Strahltaillenposition geeignet gewählt werden, andererseits ist anzustreben, möglichst geringe Beugungsmaßzahlen zu realisieren. Dazu bietet sich besonders die Verwendung eines Teleskops an, welches vor der eigentlichen Apparatur implementiert wird.

Dieses bietet die Möglichkeit, durch Wahl von Vergrößerung (Verhältnis der Brennweiten der Teleskoplinsen) und Linsenabstand die Lage und den Durchmesser der Taille zu beeinflussen. Gleichzeitig erlaubt es durch die Einbringung einer angepaßten Lochblende („Pinhole“) die Ausfilterung höherer Transversalmodenanteile und somit die Reduzierung der Beugungsmaßzahl M^2 (Raumfilter). Dies ist in Abbildung 3.18 skizziert: Das Pinhole wird an der Strahltaillenposition zwischen den Linsen $L1$ und $L2$ angebracht.

Leistungsstabilität

Ein weiterer Gesichtspunkt sind die Leistungsschwankungen der Strahlquelle. Bei allen dargestellten Verfahrensansätzen werden pro Reflexionsgradmessung mindestens zwei Einzelmessungen durchgeführt:

die Messung eines großen Signals $S_0 \pm \Delta_0$, welches zur voll durchmodulierten Laserleistung proportional ist

einer hochempfindlichen Messung eines verhältnismäßig kleinen Signals $S \pm \Delta$, welches der Differenz zweier ähnlicher Signalniveaus im Proben- und Referenzstrahlzweig entspricht.

Die Schwankung der Laserleistung zwischen diesen Messung geht dann als relativer Fehler bei der Berechnung des Verhältnisses S/S_0 ein. Da dieser Quotient bei einer geeigneten Anordnung sehr klein ist, spielen die durch Leistungsschwankungen eingetragenen Fehler eher eine untergeordnete Rolle. Als Beispiel soll eine Reflektivitätsmessung betrachtet werden, bei welcher die Differenz der detektierten Teilstrahlleistungen 1% der Gesamtleistung des Lasers ausmacht. Werden die Signale S und S_0 jeweils mit einem relativen Fehler von 2% erfaßt und beträgt die Leistungsschwankung zwischen diesen beiden Messungen 2.5%, so „verfälscht“ dies den Quotienten S/S_0 um den Faktor $1.025^{\pm 1}$. Der sich für die eigentliche Meßgröße $1 - S/S_0$ daraus ergebende Relativfehler beträgt jedoch für dieses Zahlenbeispiel lediglich etwa: $\Delta\rho/\rho \approx 2.5 \times 10^{-4}$.

Wie in Abschnitt 3.2.3 erläutert wurde, ist es möglich, durch eine zusätzliche Leistungsmodulation des Lasers und eine parallele bifrequente Signaldemodulation die Laserleistung aus der Meßwertbestimmung zu eliminieren und somit leistungsschwankungsbedingte Fehler (theoretisch) ganz auszuschließen. Unter Umständen kann dies allerdings den Nachteil haben, daß diese zusätzliche Signalmodulation zu einer größeren Signaldynamik und einer effektiven Einschränkung der Meßauflösung und -präzision führen kann. Vor diesem Hintergrund sollte eine sorgfältige Abwägung erfolgen, bei der unter Berücksichtigung der vorhandenen Laserleistungsschwankungen und des eingesetzten Detektions- und Demodulationssystems die günstigste Meßvariante ermittelt wird.

3.4.2 Strahlmodulation

Im folgenden sollen unterschiedliche Fehlereinträge diskutiert werden, welche im Zusammenhang mit der Modulation und Aufspaltung des Laserstrahls am Chopper (Zerhacker) stehen.

Chopperrotation und -vibration

Um die relevanten Meßsignale mit hoher Präzision und geringem Rauschen erfassen zu können, sind hohe Modulationsfrequenzen erstrebenswert. Da aber die Chopper, die in den beschriebenen Apparaturen verwendet werden, nicht nur die Aufgabe einer periodischen Ablendung haben, sondern sie auch als periodisch reflektierende Spiegel fungieren, treten zusätzliche Probleme auf. Während im idealen Fall die Rotationsachse genau senkrecht auf der Fläche der Chopperblätter steht, so ist in der Praxis von einem kleinen Fehrwinkel auszugehen. Dies bedeutet allerdings, daß der reflektierte Strahl auf einem Kegelmantel verläuft (siehe Abbildung 3.19), was bei kleinen Justagefehlern und kleinen Kegelöffnungswinkeln lediglich eine effektive Strahlfleckvergrößerung bewirkt. Die Chopperblätter sollten aus praktischen Gründen möglichst leicht gefertigt sein, um bei geringem Trägheitsmoment hohe Drehzahlen zu erlauben. Bei einer schnellen Rotation der dünnen Spiegelblätter können aber Schwingungen auftreten, welche zusätzliche Verzerrungen bei der Abbildung der auftretenden Strahlen verursachen.

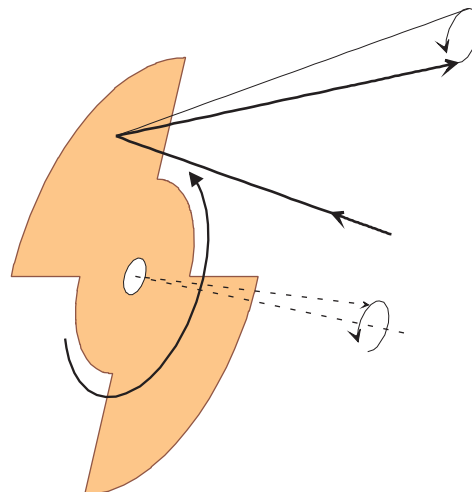


Abbildung 3.19: Chopperrotation

Aus diesem Grunde sind insbesondere bei ortsaufgelösten Messungen solche Meßanordnungen vorteilhaft, bei denen nicht der vom Chopper reflektierte, sondern der transmittierte Teilstrahl für die Probenanalyse verwendet wird.

Chopperresttransmission

Methode	Korrekturfaktor bei einfacher Modulation	Korrekturfaktor bei Doppelmodulation
R-ISO ¹	$1/(1 - \tau_C) \approx 1 + \tau_C$	$1/(1 - \tau_C) \approx 1 + \tau_C$
T-ISO ²	$1/(1 - \tau_C) \approx 1 + \tau_C$	$1/(1 - \tau_C) \approx 1 + \tau_C$
R-Mod ³	$1 - \tau_C^2$	$1 / \left(1 + \frac{\tau_C^2 \rho_M}{\rho_C} \right) \approx 1 - \tau_C^2 \frac{\rho_M}{\rho_C}$

¹Anordnung zur Reflektivitätsmessung nach Normentwurf, s. Abb. 3.7

²Anordnung zur Transmissivitätsmessung nach Normentwurf, s. Abb. 3.8

³Kombinierte Meßanordnungen wie in Abb. 3.11 / 3.12 dargestellt

Tabelle 3.4: Korrekturfaktoren zur Berücksichtigung der Choppertransmission

Bei der Diskussion des Meßprinzips und der Ableitung der Probenreflektivität aus dem Meßwert war bislang davon ausgegangen worden, daß der verwendete Chopperspiegel einen Reflexionsgrad ρ_C aufweist bei einem Transmissionsgrad $\tau_C = 0$. Handelt es sich bei einem solchen Chopperspiegel aber um einen transparenten Grundträger mit einem hochreflektierenden Coating, so sind durchaus Resttransmissivitäten im Bereich $10^{-3} \dots 10^{-5}$ zu erwarten, welche das Signal in der Integrationskugel beeinflussen. In der Tabelle 3.4 sind für die Normentwurfverfahren (siehe Abbildungen 3.7 und 3.8) sowie das modifizierte Konzept

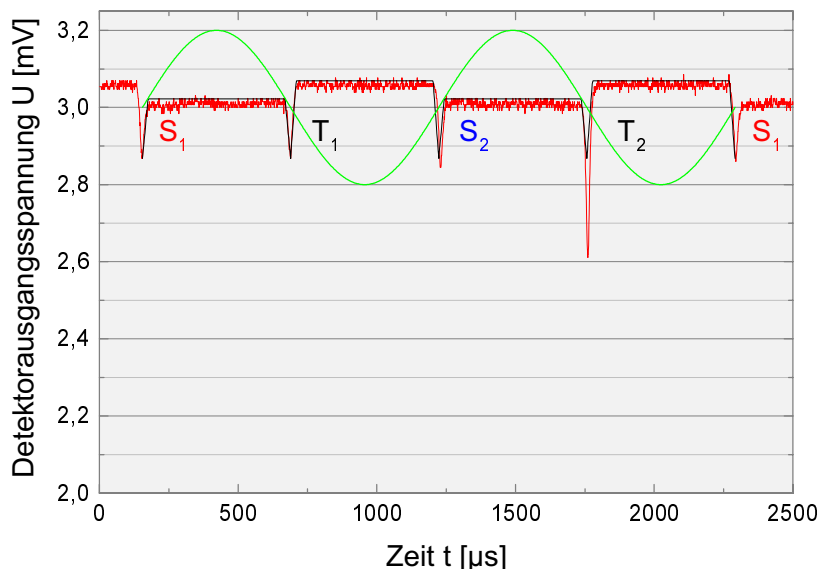


Abbildung 3.20: Gemessener zeitlicher Verlauf des Detektorsignals: Signaleinbrüche an den Kantedurchläufen

der Reflektivitätsmessung (siehe Abbildungen 3.10) jene Faktoren aufgelistet, mit denen die Meßergebnisse ρ_M bzw. τ_M multipliziert werden müssen, um unter Berücksichtigung der Choppertransmission das korrekte Ergebnis zu liefern. Dabei sind auch solche Messungen mit doppelter Modulation zwecks Leistungsreferenzierung berücksichtigt.

Für die Reflektivitäts- und Transmissivitätsmessung gemäß dem Normentwurf bedeutet dies bei Nichtberücksichtigung der Choppertransmissivität einen Relativfehler, der dem Transmissionsgrad des Choppers entspricht. Bei dem modifizierten Meßkonzept gleich langer Strahlzweige ginge der Choppertransmissionsgrad lediglich quadratisch ein. Da die empfindliche Bestimmung geringer Transmissionsgrade aber mit geringem Aufwand möglich ist, sollten die Korrekturen gemäß obiger Gleichung durchgeführt werden. Wird beispielsweise ein Wert von $\tau_C = 10^{-3} \pm 10^{-4}$ fehlerbehaftet bestimmt, so verbleiben nach obigen Korrekturen Meßunsicherheiten von ca. 10^{-4} (ISO-Anordnung) bzw. 2×10^{-6} (modifizierte Anordnung).

Signaleinbrüche an den Chopperkanten

Bisher war vereinfachend davon ausgegangen worden, daß der verwendete Chopper ein Element mit zwei klar abgegrenzten möglichen Zuständen ist: Entweder passiert der Strahl den Chopper unbeeinträchtigt, oder er wird mit der Reflektivität R_C auf die Meßprobe reflektiert. Dabei wird vernachlässigt, daß bei dem Passieren der Chopperkanten durch den Strahl Leistungsverluste auftreten können, welche durch Fertigungsmängel oder optische Beugung verursacht sein können.

In Abbildung 3.20 ist ein gemessener zeitlicher Verlauf des Detektorsignals, welcher das Eingangssignal des Lock-In-Verstärkers darstellt, abgebildet. Es wurde unter Verwendung eines zweiblättrigen Choppers (siehe Abbildung 3.21) aufgezeichnet. Das Signal wechselt zwischen Niveaus, welche abwechselnd den transmittierten Strahlen ($T_1, T_2 : U_H = cHP \approx 3.1479 \text{ mV}$) und den reflektierten Strahlen ($S_1, S_2 : U_L = cLP \approx 3.0976 \text{ mV}$) zugeordnet sind. Beim Niveauwechsel sind deutliche Signaleinbrüche feststellbar. Zur Bestimmung des Einflusses dieser Einbrüche auf das Meßergebnis kann der Signalverlauf vereinfachend beschrieben werden als

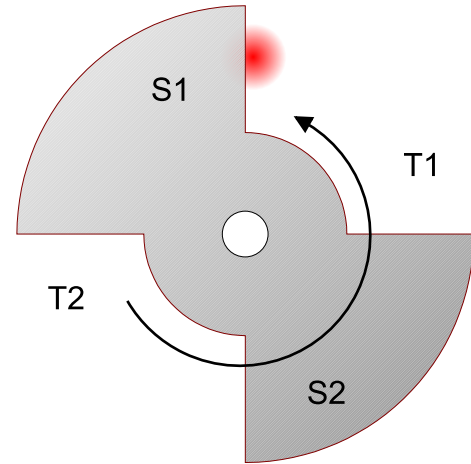


Abbildung 3.21: Form eines zweiblättrigen Chopperspiegels

$$U(t) \approx \begin{cases} U_S + \frac{U_S - U_L}{\delta} (t - t_0) & , t \in [t_0, t_0 + \delta[\\ U_H & , t \in [t_0 + \delta, t_0 + T/2 - \delta[\\ U_H + \frac{U_H - U_S}{\delta} (t - T/2 + \delta - t_0) & , t \in [t_0 + T/2 - \delta, t_0 + T/2[\\ U_S + \frac{U_L - U_S}{\delta} (t - T/2 - t_0) & , t \in [t_0 + T/2, t_0 + T/2 + \delta[\\ U_L & , t \in [t_0 + T/2 + \delta, t_0 + T - \delta[\\ U_L + \frac{U_H - U_S}{\delta} (t - T + \delta - t_0) & , t \in [t_0 + T - \delta, t_0 + T[\\ U(t - T) & , \text{sonst} \end{cases} \quad (3.27)$$

mit: U_H oberes Signalniveau T_1, T_2 δ halbe Breite des Einbruchs
 U_L unteres Signalniveau S_1, S_2 t_0 Anfangszeitpunkt von S_1 .
 U_S Signaleinbruchswert T Signalperiode .

Aus diesem Signal $U(t)$ läßt sich der Ausgangsmeßwert $S(2\pi/T, 2\pi t_0/T)$, der theoretisch aus einer Lock-In-Verarbeitung von $U(t)$ mit angepaßter Frequenz $\omega = 2\pi/T$ und Phase $\varphi = 2\pi t_0/T$ resultieren würde, berechnen als

$$\begin{aligned} S(2\pi/T, 2\pi t_0/T) &= \frac{1}{T/2} \int_{t_0}^{t_0+T} dt U(t) \sin(2\pi(t - t_0)/T) \\ &= \frac{2}{\pi} (U_L - U_H) \left(1 + \frac{\pi^2 \delta^2}{6T^2} + O(\delta/T)^4 \right) \end{aligned} \quad (3.28)$$

wobei im Gegensatz zur Einbruchbreite δ die Einbruchtiefe U_S aus Symmetriegründen keine Relevanz hat. Für die Beispielmessung mit $T/\delta \approx 25$ ergibt dies gegenüber dem theoretischen Meßwert von $S_{theo.} = \frac{2}{\pi} (U_L - U_H)$ einen Fehler von ca. 0.25%. Da zur Bestimmung der Reflektivität eine Referenzmessung mit geblocktem Teilstrahl ($\rightarrow U_L \stackrel{!}{=} 0$) durchgeführt wird, welche ebenfalls von den Signaleinbrüchen an den Kantendurchläufen betroffen ist,

hebt sich der multiplikative Fehler $\left(1 + \frac{\pi^2 \delta^2}{6T^2} + O(\delta/T)^4\right)$ auf

$$\begin{aligned} L/H &\stackrel{?}{=} 1 - \frac{S(2\pi/T, 2\pi t_0/T)}{S_0(2\pi/T, 2\pi t_0/T)} \\ &= 1 - \frac{\frac{2}{\pi}(U_L - U_H) \left(1 + \frac{\pi^2 \delta^2}{6T^2} + O(\delta/T)^4\right)}{\frac{2}{\pi}(0 - U_H) \left(1 + \frac{\pi^2 \delta^2}{6T^2} + O(\delta/T)^4\right)} \\ &= U_L/U_H \stackrel{!}{=} L/H \end{aligned} \quad (3.29)$$

was bedeutet, daß bei phasenkorrekter Messung die behandelten Signaleinbrüche keine Auswirkung auf die ermittelten Reflektivitäten haben.

Strahlteilungsverhältnis

Die Fertigungstoleranzen bei der Herstellung der Chopperblätter bewirken eine Abweichung des Teilungsverhältnisses des Choppers von 1/1. Wenn Δ die Fertigungsgenauigkeit bezeichnet, ergibt sich bei einer Bahnlänge pro Chopperblatt von πR (R Bahnradius) unter Verwendung einer asymmetrisch modifizierten Rechteckfunktion

$$\text{rect}'_{L,H}(x, \delta) := \begin{cases} H & , \quad 2n\pi + \delta \leq x < (2n+1)\pi - \delta \\ L & , \quad (2n+1)\pi - \delta \leq x < 2n\pi + \delta \end{cases}, \quad n \in \mathbb{N} \quad (3.30)$$

als theoretisches Ausgangssignal der Demodulation

$$\begin{aligned} S &= \frac{cP}{T/2} \left(H \int_{\frac{T}{2\pi} \frac{\Delta}{R}}^{T/2 - \frac{T}{2\pi} \frac{\Delta}{R}} dt \sin(2\pi t/T) - L \int_{-\frac{T}{2\pi} \frac{\Delta}{R}}^{T/2 + \frac{T}{2\pi} \frac{\Delta}{R}} dt \sin(2\pi t/T) \right) \\ &= \frac{cP}{\pi} \left(-H \left[\cos\left(\pi - \frac{\Delta}{R}\right) - \cos\left(\frac{\Delta}{R}\right) \right] + L \left[\cos\left(\pi + \frac{\Delta}{R}\right) - \cos\left(-\frac{\Delta}{R}\right) \right] \right) \\ &= \frac{2cP}{\pi} (H - L) \cos\left(\frac{\Delta}{R}\right) \approx \frac{2cP}{\pi} (H - L) \left(1 - \frac{\Delta^2}{2R^2}\right) \end{aligned} \quad (3.31)$$

was auch hier eine etwa quadratische Skalierung der Meßfehler mit den Fertigungstoleranzen bewirkt. Für einen typischen Bahnradius von $R = 50\text{mm}$ und Toleranzen im Bereich $\Delta = 0.01\text{mm} \dots 0.1\text{mm}$ liegt der Fehler bei $\Delta S = 2 \times 10^{-8} \dots 2 \times 10^{-6}$. Dieser ohnehin kleine Fehler wird durch die Division des Meßsignals S_Δ mit dem Referenzsignal $S_{\Delta,0}$ eliminiert.

Der Fehlereinfluß soll auch für jenen Fall betrachtet werden, bei dem zur Unterdrückung von Leistungsschwankungseinflüssen die Laserleistung mit einer zweiten Frequenz ω_P moduliert wird, wie in Abschnitt 3.2.3 dargestellt wird. In diesem Fall ergibt sich mit $\delta := \frac{\Delta}{\pi R}$ für das Leistungsmeßsignal $S(\omega_P) = cP \frac{H(1-\delta) + L(1+\delta)}{\pi}$ und bei geblocktem Teilstrahl $S_0(\omega_P) = cPH \frac{1-\delta}{\pi}$. Die Auswertung nach Gleichung 3.10 ergibt damit für das ermittelte Verhältnis der

Signalniveaus einen Relativfehler

$$\begin{aligned}
 \frac{\Delta_{L/H}}{L/H} &= 1 - \frac{H S(\omega_P)/S_0(\omega_P) - S(\omega_C)/S_0(\omega_C)}{L S(\omega_P)/S_0(\omega_P) + S(\omega_C)/S_0(\omega_C)} \quad (3.32) \\
 &= 1 - \frac{H \left(H + L \frac{1+\delta}{1-\delta} \right) - (H-L)}{L \left(H + L \frac{1+\delta}{1-\delta} \right) + (H-L)} \\
 &= 1 - \frac{H L \frac{1}{1-\delta}}{L H + L \frac{\delta}{1-\delta}} = \frac{1}{1 + \delta(L/H - 1)}
 \end{aligned}$$

was für den oben genannten Toleranzbereich beispielsweise bei einem Signalniveauverhältnis von $L/H = 0,98$ relative Fehler im Bereich $1,3 \times 10^{-6} \dots 1,3 \times 10^{-5}$ für die berechneten Reflektivitäts- oder Transmissivitätswerte ergibt.

Fehlereinfluß des endlichen Strahldurchmessers

Zur Abschätzung des Fehlers, der infolge des graduellen Übergangs von Transmissionsphase zur Reflexionsphase am Chopper auftritt, kann auf die vereinfachende Signalbeschreibung von Gleichung 3.27 zurückgegriffen werden, mit $U_S = (U_H + U_L)/2$ und $\delta = wN/(2\pi R)T$, wobei w in einer groben Näherung, welche die Strahlform außer Acht läßt, den Strahlradius bedeutet, R den Radius der Chopperbahn, und N die Zahl der Chopperblätter. Für typische Abmessungen $w = 1,5 \text{ mm}$, $R = 5 \text{ cm}$ und $N = 2$ ergibt sich damit aus Gleichung 3.28 ein Fehler von $1,5 \times 10^{-4}$ bei der Demodulation des Meßsignals. Allerdings gilt auch hier, daß durch die Referenzmessung von S_0 bei geblocktem Teilstrahl der Meßfehler bei der Berechnung des Signalniveauverhältnisses eliminiert wird.

Strahlabschneidungen

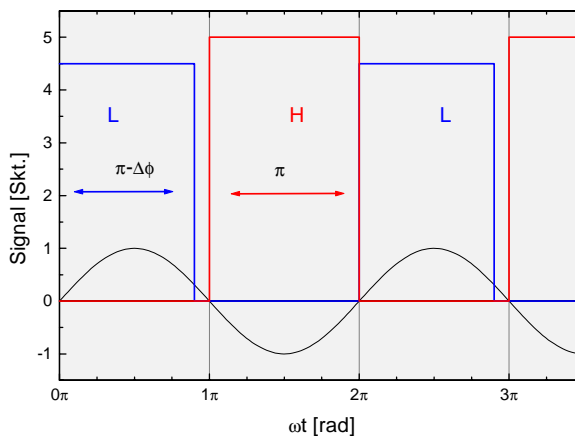


Abbildung 3.22: Modulationssignal bei Strahlabschneidung

Bei manchen vorgestellten Strahlführungskonzepten muß der Probenstrahl den Chopper zweimal passieren. Dazu müssen die hin- und zurücklaufenden Strahlen exakt übereinander

liegen. Anderenfalls tritt periodisch der Fall ein, daß der Strahl zwar auf dem Hinweg frei durch den Chopper laufen kann, aber zurücklaufend auf die Chopperrückseite trifft und somit abgeschnitten wird. Im detektierten Meßsignal entsteht somit eine Signallücke der Breite $\Delta\phi$ (siehe Abbildung 3.22). Bei der Demodulation eines mit diesem Fehler behafteten Signals ergibt sich (mit Demodulationsfrequenz $\omega = \omega_C$ und Integrationsperiode $T = 2N\pi/\omega$)

$$\begin{aligned}
 S(\varphi) &= \frac{\omega}{\pi} HP \int_0^{\pi/\omega} \sin(\omega t + \varphi) + \frac{\omega}{\pi} L \int_{\pi/\omega}^{2\pi/\omega - \Delta\phi/\omega} \sin(\omega t + \varphi) \quad (3.33) \\
 &= \frac{1}{\pi} H [\cos(\varphi) - \cos(\pi + \varphi)] + \frac{1}{\pi} L [\cos(\pi + \varphi) - \cos(\varphi - \Delta\phi)] \\
 &= 2 \frac{H-L}{\pi} \cos(\varphi) + \frac{L}{\pi} (\cos(\varphi) - \cos(\varphi - \Delta\phi)) \\
 &\approx \left(2 \frac{H-L}{\pi} + \frac{L}{2\pi} \Delta\phi^2 - \frac{L}{\pi} \Delta\phi \tan(\varphi) \right) \cos \varphi.
 \end{aligned}$$

Der Effekt dieser Strahlabschneidung soll an einem Zahlenbeispiel illustriert werden: Beträgt der Winkelfehler bei der Justage des hinter dem Chopper stehenden Spiegels $\delta\alpha = 10^{-3}$ rad, und beträgt die Entfernung zwischen dem Chopper und diesem Spiegel $l = 2.5$ cm, und trifft der Strahl den N -blättrigen Chopper auf einer Kreisbahn mit dem Radius $R = 5$ cm, so gilt für die Breite der Signallücke im Fall eines zweiblättrigen Choppers

$$\Delta\phi = \frac{\delta\alpha * L * N}{2\pi R} \approx 1.6 \times 10^{-4} \quad (3.34)$$

und für das Lock-In-Ausgangssignal folgt je nach eingestellter Phasenlage φ

$$S \approx \frac{2}{\pi} (H-L) - L \left(4 * 10^{-9} - \tan(\varphi) \times 5 \times 10^{-5} \right) \cos(\varphi). \quad (3.35)$$

Für ungefähr phasenkorrekte Demodulationen ($\varphi \approx 0$) können Meßfehlerbeiträge dieser Art also sicher vernachlässigt werden.

3.4.3 Fehlerquelle Signaldetektion und -analyse

Detektorsystem

Bei den vorgestellten Meßverfahren wird zur Integration und Detektion der zu messenden Leistungssignale eine Ulbrichtkugel eingesetzt. Diese weist gegenüber der direkten Bestrahlung eines Detektors eine größere Detektionsfläche und gleichzeitig eine geringere Richtungs- und Ortsabhängigkeit auf [80]. Ein Strahl, welcher durch die Eintrittsapertur senkrecht auf das Strahltarget in der Kugel fällt, wird diffus gestreut. Nimmt man dabei das Target und die gesamte Kugelinnenfläche als diffus reflektierend an, so bildet sich nach einigen Reflexionen eine homogene Leistungsdichteverteilung auf den Kugelwänden aus, welche am Ort des Detektors gemessen wird. Der Detektor wird dabei durch geeignete Abblendvorrichtungen vor direktem Strahlungseinfall geschützt (siehe Abbildung 3.23).

Strahlungsverluste in der Kugel treten an den Kugelöffnungen und durch Absorption an den Wänden auf. Hanssen et al. haben gezeigt [38], daß die Detektionseffizienz der Kugel empfindlich von der absoluten und spekularen Reflektivität der Innenwand- bzw. Targetoberfläche abhängt. Daß die eingesetzten Beschichtungen keine idealen Lambertstrahler sind, sondern zusätzliche spekulare Reflektivitätsanteile aufweisen, welche i.a. besonders bei zunehmender Wellenlänge erheblich werden, muß bei der Fehlerdiskussion berücksichtigt werden. Effektiv bedeutet dies, daß das detektierte Meßsignal bei gleicher in die Kugel eintretender Strahlungsleistung abhängig von den Eigenschaften des Strahls (Einfallsort, Strahldurchmesser, Einfallswinkel, Divergenz) unterschiedlich groß sein kann.

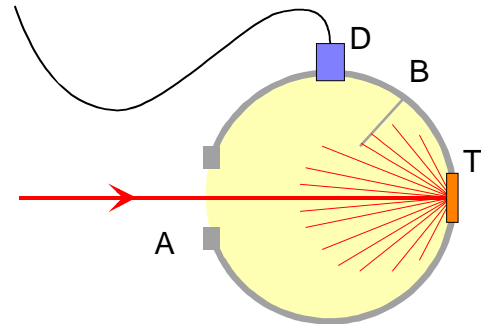


Abbildung 3.23: Prinzipskizze Ulbrichtkugel; A: Eintrittsapertur, T: Target, D: Detektor, B: Strahlblock

Sollen zwei unter einem Winkel in die Kugel einlaufende Strahlen mit gleicher Empfindlichkeit detektiert werden, so muß auf größte Symmetrie der Strahlen bezüglich der Lage von Eintrittsblende, Strahltarget und Detektor geachtet werden. Für die Abbildung 3.23 bedeutet das beispielsweise, daß beide Strahlen auf einer zum Papier senkrechten Ebene liegen und ihre Winkelhalbierende durch die Mittelpunkte von Eintrittsblende und Target verläuft. Weisen die Strahlen unterschiedliche Durchmesser und Divergenzwinkel auf, so ist eine vollständige Symmetrisierung praktisch nicht möglich, und von unterschiedlichen Detektionsempfindlichkeiten c_L , c_H für die Strahlen muß ausgegangen werden. Diese Problematik betrifft vor allem jene Meßanordnungen, bei denen die zurückgelegten Wege der Teilstrahlen deutlich voneinander abweichen. Die Abweichung des Verhältnisses der Empfindlichkeiten von 1 gibt dabei den Fehler an, mit welchem Absolutmessungen behaftet sind.

Ein weiterer Gesichtspunkt, welcher bei der Diskussion von Fehlereinflüssen Berücksichtigung finden muß, ist die Inhomogenität des Strahltargets. Da die Reflexions- bzw. Streueigenschaften gewissen örtlichen Schwankungen unterliegen, ist es üblich, durch die periodische Bewegung des Targets (z.B. Rotation) die Homogenität zumindest im zeitlichen Mittel zu erhöhen. Eine solche Targetbewegung hat darüber hinaus den Vorteil, daß störende Auswirkungen von u.U. auftretenden „Speckles“, die aus den hohen Kohärenzlängen von Laserstrahlung resultieren können, eliminiert werden.

Phaseninstabilitäten

Bei den bisherigen Ausführungen war allgemein vorausgesetzt worden, daß die Demodulation der Meßsignale phasenkorrekt erfolgt. In der Praxis wird dazu eine Phasenanpassung durchgeführt, bei der i.d.R. ein Signalzweig geblockt wird. Dies geschieht, um eine große Modulationsamplitude sicherzustellen und somit den Einfluß von Störanteilen im Signal auf die Bestimmung der Phasenlage zu minimieren. Die Phasenlage des Signals unterliegt im Lauf der Zeit gewissen Schwankungen, die z.B. auf Gleichlaufschwankungen des Modulators beruhen können. Zusätzlich weisen auch die Lock-In-Verstärker selbst gewisse Phaseninstabilitäten auf. Wenn $\Delta\varphi$ die effektive Änderung der Phase zwischen zwei Messungen ist, gilt für den Relativfehler des ermittelten Signalniveauverhältnisses bei einer idealen Recht-

eckfunktion (siehe Gleichung 3.1) als Signal (o.B.d.A. $T = 2\pi/\omega$)

$$\begin{aligned}
 \frac{\Delta(L/H)}{L/H} &\approx 1 - \frac{\int_{-\pi/\omega}^{\pi/\omega} dt \sin(\omega t + \Delta\varphi) \text{rect}_{H,L}(\omega t)}{\int_{-\pi/\omega}^{\pi/\omega} dt \sin(\omega t) \text{rect}_{H,L}(\omega t)} \\
 &= 1 - \frac{H \int_0^{\pi/\omega} dt \sin(\omega t + \Delta\varphi) + L \int_{-\pi/\omega}^0 dt \sin(\omega t + \Delta\varphi)}{H \int_0^{\pi/\omega} dt \sin(\omega t) + L \int_{-\pi/\omega}^0 dt \sin(\omega t)} \\
 &= 1 - \frac{H/\omega (\cos(\Delta\varphi) - \cos(\pi + \Delta\varphi)) - L/\omega (\cos(\Delta\varphi) - \cos(\Delta\varphi - \pi))}{2H/\omega - 2L/\omega} \\
 &= 1 - \cos(\Delta\varphi) \approx \Delta\varphi^2/2
 \end{aligned}$$

was für kleine Phasenfehler eine etwa quadratische Skalierung der verursachten Meßunsicherheit bedeutet, die für typische Gerätwerte ($\Delta\varphi = 0.1^\circ \dots 1^\circ$) Fehler ergeben von etwa $1.5 \times 10^{-6} \dots 1.5 \times 10^{-4}$. Da nicht nur der Lock-In-Verstärker, sondern auch der Chopper zu Phasenschwankungen beitragen kann, sollte die durch Phaseninstabilitäten hervorgerufene Meßunsicherheit mindestens in der Größenordnung 10^{-4} abgeschätzt werden. Dies stellt offensichtlich eine wesentliche Limitierung der mit den Meßverfahren erreichbaren Genauigkeiten dar.

3.5 Apparative Umsetzung

In der vorangegangenen Erörterung der Meßkonzepte und der Abschätzung der Fehlereinträge lag der Schwerpunkt auf einer prinzipiellen, eher theoretischen Betrachtungsweise. Im folgenden soll geschildert werden, inwieweit die diskutierten Meßkonzepte praktisch umgesetzt werden konnten und welche konkreten Ergebnisse daraus hinsichtlich der Praktikabilität und Präzision der Verfahren abgeleitet werden können.

3.5.1 Reflektometer bei 1,06 μm und 10,6 μm

Zur Überprüfung der Praktikabilität des im Normentwurf vorgeschlagenen Meßverfahrens wurden unabhängig voneinander Meßplätze zur Reflexions- und Transmissionsgradmessung bei 1064 nm [30] und 10.6 μm [3] aufgebaut. Beide wurden dabei so ausgelegt, daß zweidimensionale Profilmessungen der Probenoberflächeneigenschaften möglich waren, während die Option von winkelvariierten Messungen nicht implementiert wurde, sondern der Einfallswinkel des Laserstrahls auf die Meßprobe auf ca. 5° festgelegt war.

In der Meßapparatur für 10.6 μm konnte die variable Pulsweitenmodulation des CO_2 -Lasers für eine zusätzliche Signalmodulation ($\omega_{\text{PWM}} \approx 4660 \text{ Hz}$) zur Referenzleistungsmessung ausgenutzt werden (siehe Abschnitt 3.2.3). Der Pyrodetektor wurde mit einer zweistufigen Verstärkerschaltung zur empfindlichen Stromspannungswandlung beschaltet. Die einzelnen invertierenden Verstärkerstufen wurden mit einer kapazitiven Rückkopplung versehen, welche effektiv eine Dämpfung höherer Frequenzanteile bewirkte. Da ohnehin, bedingt durch

	1064 nm	10,6 μm
Laser	diodengepumpter, monolithischer Nd:YAG-Ringlaser (<i>Lightwave</i>)	HF-angeregter, pulsweitenmodulierter Sealed-Off CO ₂ -Laser (<i>Synrad</i>)
Leistung	50 mW	25 W
Leistungsschwankungen	ca. 0.01%	ca. 2.5%
Strahltaillendurchmesser $d_{\sigma,0}$	1.8 mm	3.5 mm
Strahldivergenzwinkel Θ_{σ}	1.1 mrad	4.5 mrad
Choppersystem	Schrittmotor, Drehzahl ca. 1 Hz... 135 Hz bzw. 46 Hz (stabilisiert)	Schrittmotor, Drehzahl ca. 1 Hz... 135 Hz bzw. 135 Hz (stabilisiert)
Chopperspiegel	zweiblättrige Spiegel, Borosilikatglas, 1 mm \times \emptyset 12 cm (siehe Abb.3.21); dielektrisches HR1064-Coating	zweiblättrige Spiegel, Silizium, 1 mm \times \emptyset 12 cm; goldbeschichtet
Positioniersystem	zweiachsig, 50 \times 50 mm, Auflösung < 10 μm	zweiachsig, 50 \times 50 mm, Auflösung < 10 μm
Ulbrichtkugel	Innendurchmesser ca. 15 cm, Spektralbeschichtung, $R_{1,06\mu\text{m}} > 99\%$, (<i>Labsphere</i> Modell IS – 060 – SL)	Innendurchmesser ca. 20 cm, Infrarotgoldbeschichtung, $R_{10,6\mu\text{m}} \approx 95\%$ (<i>Labsphere</i> Modell IS – 080 – IG)
Detektor	Siliziumphotodiode, Detektorfläche ca. 41 mm ²	Pyrodetektor <i>Eltec 420</i> , Detektorfläche ca. 4 mm ²
Lock-In-Verstärker	Digitaler Vektor-Lock-In (<i>EG&G Instruments, Modell 7260</i>)	Digitaler Vektor-Lock-In (<i>EG&G Instruments, Modell 7260</i>)

Tabelle 3.5: Apparaturdaten der Reflektometer

das Detektorprinzip, keine Gleichstromanteile im Signal vorhanden sind, konnte so die maximale Ausgangsspannung begrenzt werden, was eine empfindlichere Extraktion der relevanten Signalinformationen im Lock-In-Verstärker ermöglichte.

Eine zusätzliche Leistungsmodulation wurde für das NIR-Meßsystem nicht durchgeführt, da die verschwindend geringen Leistungsschwankungen des stabilisierten Nd:YAG-Lasers keinen relevanten Einfluß auf die erzielte Meßgenauigkeit haben.

Bei der Einrichtung der Apparaturen stellte sich die Justage der Chopperspiegel als eine wesentliche Schwierigkeit dar. Sowohl die Borosilikatglas- als auch die Siliziumspiegel erwiesen sich als unzureichend steif, so daß sich bei der schnellen Rotation Eigenschwingungen auf den Spiegelblättern ausbilden konnten, welche ein „Flattern“ der abgebildeten Strahlen bewirkten. Da die mechanische Stabilität - auch aus sicherheitstechnischen Gründen - begrenzt ist, muß die abbildende Strahlmodulationseinheit als eine technische Schwachstelle genannt werden, die weiterer Optimierungen bedarf.

Nach der Kalibrierung der Aufbauten lag die Reproduzierbarkeit von Reflektivitätsmes-

sungen (nach Probenneueinbau und -justage) bei ca. 2×10^{-4} (1064nm) bzw. 5×10^{-3} ($10.6 \mu\text{m}$).

Zur Verbesserung der Meßpräzision wurden an dem Nd:YAG-Aufbau zusätzliche Untersuchungen durchgeführt, bei denen ein Kombinationsaufbau ähnlich dem in Abbildung 3.11 dargestellten verwendet wurde. Die daran durchgeführten Kalibrierungsmessungen konnten direkt mit den Kalibrierungsmessungen für die Normentwurfsanordnung verglichen werden, und aus den Schwankungen wiederholt durchgeführter Messungen konnten untere Schranken für die bei der Ermittlung der Referenzreflektivität ρ_C der Chopper anzusetzenden Fehler bestimmt werden. Diese Fehlergröße ist ausschlaggebend für die Abschätzung der maximal erreichbaren Absolutgenauigkeit der Messungen. Für die Normentwurfsanordnung wurde aus der Fehlerverfolgung ein Wert $\Delta\rho_C \approx 3 \times 10^{-3}$ ermittelt, während der Fehler, der aus der Kalibrierung der Chopperreflektivität im Fall des Kombinationsaufbaus hervorgeht, mehr als eine Größenordnung geringer war. Dieser Unterschied erklärt sich teilweise durch die geringere Zahl notwendiger Einzelmessungen, deren Fehler sich im Endergebnis der Chopperreflektivität kumulieren. Vor allem müssen aber der Austausch und die Neujustage der Chopperblätter, welche bei der Kombinationsanordnung nicht notwendig sind, als erhebliche Fehlerquelle angenommen werden.

3.5.2 Laserkalorimetrische Transmissionsgradmessungen

Bei der Erörterung der Anordnungen für Transmissivitätsmessungen wurde bereits darauf hingewiesen, daß eine hohe Meßauflösung und -genauigkeit vorrangig für Proben hoher Transmissivitäten erzielt werden kann, während bei kleinen Transmissivitätswerten die Meßgenauigkeit stark zunimmt. Für die Analyse von Resttransmissionen hochreflektierender Spiegel bietet die Laserkalorimetrie eine interessante und einfache Alternative.

Dabei wird die zu untersuchende Probe vor dem eigentlichen Kalorimeter im Strahlengang des Lasers positioniert, während im Kalorimeter eine Probe bekannten Absorptionsgrads eingebaut ist. Obwohl der relative Meßfehler bei diesem Vorgehen, typisch für laserkalorimetrische Messungen, verhältnismäßig groß ist (ca. 10%), hat dieses Meßverfahren den wesentlichen Vorteil einer sehr hohen Empfindlichkeit: Selbst sehr kleine Transmissionsgrade von unter 1 ppm sind laserkalorimetrisch noch gut meßbar. Damit stellt die Laserkalorimetrie eine interessante Ergänzung zum reflektometrischen Ansatz von ISO/WD 13697 dar.

Die Meßgenauigkeit der Laserkalorimeter ist, besonders bei kleinen Meßwerten, für Transmissionsgradmessungen allgemein höher anzusetzen als für Absorptivitätsmessungen. Bei Absorptionsgradmessungen fällt ein Laserstrahl hoher Leistung in die Meßkammer, wovon lediglich ein winziger Bruchteil absorbiert wird, während die nicht absorbierte Strahlung eine Störung der Messung bewirken kann, welche den Meßfehler erhöht. Demgegenüber fällt bei Transmissionsgradmessungen prinzipiell nur jene transmittierte Strahlung in die Kammer, die (absorbiert von einer geeigneten Probe) detektiert werden soll, so daß strahlungsbedingte Signalstörungen auszuschließen sind, wenn die Detektionsprobe einen Absorptionsgrad nahe Eins aufweist.

In Abbildung 3.24 wird eine Temperaturmeßkurve dargestellt, bei der eine geschwärzte Hilfsprobe mit einem auf $2.5 \mu\text{W}$ abgeschwächten Strahl eines Nd:YAG-Lasers aufgeheizt wurde. Die Abschwächung erfolgte dabei durch eine Serie von drei Abschwächern. Der

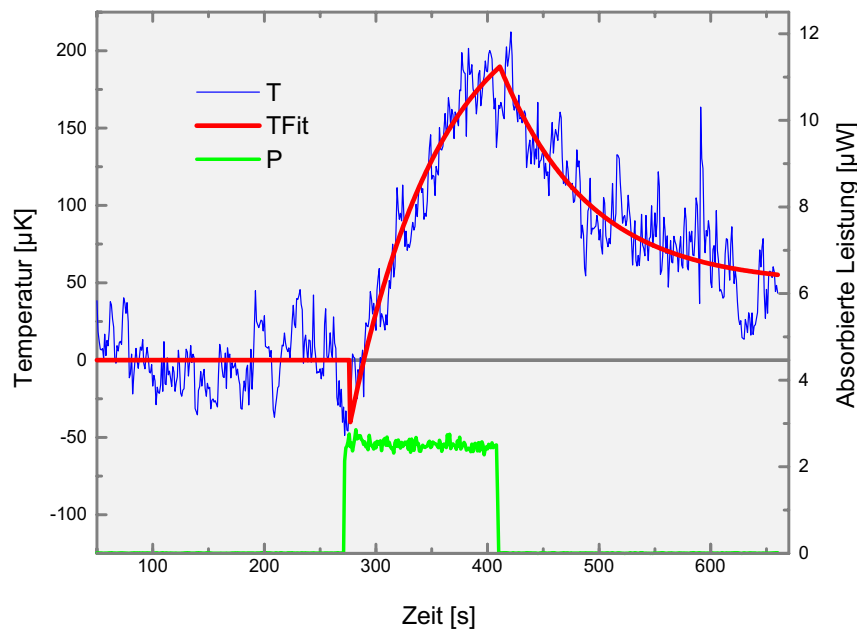


Abbildung 3.24: Nachweis der Empfindlichkeit

resultierende Temperaturanstieg liegt bei ca. $\Delta T \approx 200 \mu\text{K}$ und ist trotz bereits deutlich feststellbarer Temperaturfluktuationen noch mit hinreichender Sicherheit analysierbar. Der dabei ermittelte Transmissionsgrad weicht dabei lediglich um ca. 10% vom Produkt der Transmissionsgrade der Einzelabschwächer ab. Für die Empfindlichkeit des Verfahrens bedeutet dies, daß ein Laser mit einer Leistung von lediglich 2.5 W verfügbar sein muß, um eine Meßempfindlichkeit von 1 ppm zu erreichen.

3.6 Diskussion der Meßkonzepte

Bevor die unterschiedlichen konzeptionellen Ansätze zur Bestimmung des Reflexions- und Transmissionsgrads von Laserspiegeln vergleichend diskutiert werden, sollen noch einmal die wesentlichen Anforderungen an das Meßverfahren zusammengefaßt werden:

- Die Meßgenauigkeit sollte nach Möglichkeit 10^{-4} und besser sein.
- Das Verfahren soll selbstkalibrierend sein, d.h. ohne das Heranziehen von Referenzspiegeln Absolutmessungen ermöglichen.
- Der apparative und prozessuale Aufwand, insbesondere auch für Kalibrierung und Justage, sollte vertretbar sein.
- Die Möglichkeit, orts- und winkelaufgelöste Messungen ohne erhebliche Umbauten (gegebenenfalls nur mit reduzierter Genauigkeit) durchzuführen, sollte vorhanden sein.

Im vorangegangenen Text wurde das in dem Normentwurf ISO 13697 zur Reflexions- und Transmissionsgradmessung vorgesehene Meßverfahren dargestellt und insbesondere hinsichtlich der hier angeführten Gesichtspunkte diskutiert. Darüber hinaus wurden alternative Meßanordnungen vorgestellt, welche basierend auf der theoretischen Analyse der meßtechnischen Fehlerquellen Verbesserungen der Praktikabilität und Präzision versprechen. In Tabelle 3.6 werden die drei wesentlichen Konzepte hinsichtlich ihrer für die Praktikabilitäts-einschätzung relevanten Unterscheidungskriterien gegenübergestellt. Die Bewertungskala läuft dabei von „-“ (sehr negativ) bis „+“ (sehr positiv).

Gegenüber dem Normentwurfsaufbau weisen beide vorgeschlagenen Varianten die erheblichen Vorteile auf, daß einerseits der Wechsel und die aufwendige Neujustage der Chopereinheiten im Rahmen der aufwendigen Kalibrierungseinzelmessungen entfallen, und damit eine wesentliche Fehlerquelle eliminiert wird. Andererseits umgehen sie die Problematik der unterschiedlichen Teilstrahlpropagationswege, aus der Asymmetrien hinsichtlich der Detektoreffizienz, und somit weitere Meßunsicherheiten resultieren.

Kriterium	ISO/WD ¹	Variante I ²	Variante II ³
Notwendige Einzelmessungen für Absolutwertermittlung	-- (6)	o (4)	+ (3)
Fehler durch Chopperjustage und -präzision	-	o	+
Strahlpropagationsunterschiede	-	+ (-) ⁴	+
Fehler Choppertransmission	o	+	++
Möglichkeit winkelabhängiger Messungen	o	-- (o) ⁴	++
mögliche Ortsauflösung	-	o	+
Anteil der genutzten Laserleistung	50%	50%	12.5%

¹Meßanordnungen nach ISO/WD 13697, siehe Abbildungen 3.7, 3.8, 3.15

²Kombinationsanordnung, siehe Abbildung 3.12 / 3.11

³Kombinationsanordnung, siehe Abbildung 3.17

⁴eingeklammerte Beurteilungen beschränken sich auf die Normentwurfsvariante des Aufbaus

Tabelle 3.6: Vergleich der reflektometrischen Konzepte

Im Unterschied zu dem als *Variante I* bezeichneten Konzept gilt für *Variante II*, daß der über den Chopper reflektierte Teilstrahl lediglich als Hilfsmittel zur Erhöhung der Meßauflösung verwandt wird, während der eigentliche Referenzstrahlverlauf ebenso wie der Meßstrahl nicht durch mögliche Abbildungsfehler des Choppers beeinträchtigt wird. Weiterhin ermöglicht *Variante II* ohne Umbaumaßnahmen und Genauigkeitseinschränkungen die Durchführung von winkelabhängigen Messungen und auch von Transmissivitätsmessungen. Letztere sind bei *Variante I* lediglich in der stärker fehlerbehafteten Normentwurfsanordnung möglich.

Als Gemeinsamkeit aller Verfahrensansätze sind die Strahlmodulation durch einen Chopper, die Signaldetektion mit Hilfe einer Integrationskugel und die Signalanalyse mittels Lock-In-Technik zu nennen. Damit gehen prinzipielle Fehlereinflüsse einher, die der prinzipiellen Genauigkeit der Meßverfahren Schranken setzen. Allein aus der Berücksichtigung typischer

Phaseninstabilitäten ist ableitbar, daß die Genauigkeit bei der Ermittlung von Reflexions- und Transmissionsgraden nur mit einem enormen Aufwand unter 10^{-4} reduziert werden kann.

3.7 Schlußfolgerungen

Das im Normentwurf ISO/WD 13697 beschriebene Verfahren zur Bestimmung des Reflexions- und Transmissionsgrads optischer Laserkomponenten wurde einer detaillierten theoretischen und praktischen Prüfung unterzogen. Aufgrund sowohl technischer Probleme (Choppersystem) als auch prinzipieller Fehlerquellen (Strahlasymmetrie) blieben die erzielbaren Absolutgenauigkeiten auf einige 10^{-3} (1064nm) bzw. einige 10^{-2} ($10.6\mu\text{m}$) beschränkt. Der schlechtere Wert bei der CO_2 -Laserwellenlänge begründet sich, neben dem technisch schwierigeren Strahlungsnachweis, vorrangig auf dem prinzipiell größeren Strahlparameterprodukt bei $10.6\mu\text{m}$, welches die in der Meßgeometrie implizierten Fehlerquellen hervorhebt.

Somit wird der Normentwurf in seiner jetzigen Form der Zielstellung, ein hochgenaues (10^{-4} und besser) und gleichzeitig technisch einfaches Verfahren zur Reflektivitäts- und Transmissivitätsmessung bereitzustellen, nicht gerecht. Mögliche konzeptionelle Modifikationen, welche u.a. die Strahlführungsanordnung und das Kalibrierungsprinzip betreffen, wurden aufgezeigt und in ersten Ansätzen erprobt. Bis zur Erreichung der Normreife scheinen weitere umfassende Arbeiten notwendig zu sein.

Kapitel 4

Komplementäre Reflektivitäts- und Verlustmessungen

Kennzeichen	Subtrat	Dicke	Beschichtung
A1s	Suprasil	1 mm	a
A6s	Suprasil	6 mm	a
B1s	Suprasil	1 mm	b
B6s	Suprasil	6 mm	b
C1s	Suprasil	1 mm	c
C6b	BK7	6 mm	c
D1s	Suprasil	1 mm	d
D6s	Suprasil	6 mm	d
E1s	Suprasil	1 mm	e
E6s	Suprasil	6 mm	f
F1b	BK7	1 mm	f
G6b	BK7	6 mm	g
H6b	BK7	6 mm	h

Tabelle 4.1: Probensatz für die komplementären Verlustmessungen

Im folgenden soll eine praktische Konsistenzprüfung der unterschiedlichen Charakterisierungsverfahren erfolgen, mit denen die Streuverluste und der Reflexions-, Absorptions- und Transmissionsgrad bestimmt werden können. Zu diesem Zweck wurde ein aus Nd:YAG-Laserspiegeln bestehender Probensatz (siehe Tabelle 4.1) zusammengestellt. Die Spiegel unterscheiden sich dabei sowohl hinsichtlich der Substrate als auch der Beschichtungsmaterialien und -verfahren. Alle Proben wurden derselben automatischen Reinigung in einem Spin-Cleaner unterzogen, der eine Serie von Reinigungsprozessen durchführte (Reinigung mit Hochdruckwasserstrahl, Bürstenreinigung mit Aceton, Reinigung mit Isopropanol, Trockenschleudern) und anschließend hinsichtlich aller vier Meßgrößen bei der Wellenlänge 1064 nm charakterisiert.

Die Streuverlustmessungen wurden dabei mit dem im Normentwurf ISO/WD 13696 [48]

beschriebenen Verfahren durchgeführt, welches im Anhang auf Seite 104 kurz erläutert wird. Die Absorptionsgradmessungen wurden mit einem Laserkalorimeter auf der Grundlage von ISO 11551 durchgeführt, allerdings mit den im Rahmen dieser Arbeit entwickelten apparativen und prozessualen Verbesserungen, welche im Abschnitt 2.6 dargelegt wurden. Die Reflexions- und Transmissionsgradmessungen wurden nach dem Normentwurf ISO/WD 13697 durchgeführt. Die Bestimmung der zur Auswertung notwendigen Chopperspiegelreflektivität erfolgte dabei in der in Abschnitt 3.3.5 beschriebenen Kombinationsanordnung, welche ohne einen aufwendigen Chopperwechsel durchgeführt werden kann. Der dabei ermittelte Reflexionsgrad ergab sich zu $\rho_C = 98.789 \pm 0.005\%$. Der nach Normentwurf ermittelte Wert war mit $\rho_{C,ISO} = 98.88 \pm 0.27\%$ nur geringfügig höher, jedoch mit einer erheblich höheren relativen Meßunsicherheit versehen, welche sich aus der Schwankung der wiederholt durchgeführten Kalibrierungen ergab.

Kennzeichen	S	τ	α	$1 - \rho$	$S + \tau + \alpha$
A1s	250	263	20	3590	533
A6s	142	268	19	3150	429
B1s	350	535	443	4700	1330
B6s	243	657	374	4620	1270
C1s	200	873	72	4140	1150
C6b	540	987	52	4800	1580
D1s	168	193	170	3570	531
D6s	135	185	188	3350	508
E1s	102	228	180	3050	510
E6s	93	237	152	3090	482
F1b	174	250	19	3440	443
G6b	100	305	28	2880	433
H6b	332	406	932	4550	1670

Tabelle 4.2: Ergebnisse der komplementären Verlustmessungen in ppm

Die Meßergebnisse sind einander in Tabelle 4.2 gegenübergestellt, wobei zur besseren Vergleichbarkeit nicht die Reflektivitäten selbst, sondern die Reflektivitätsverluste $1 - \rho$ angeführt werden. Eine graphische Darstellung ist in Abbildung 4.1 zu finden. In der letzten Spalte ist die Summe der gemessenen Verluste aus Streuung, Absorption und Transmission notiert. Die Diskrepanz zwischen den beiden letzten, theoretisch gleichen Spalten ist erheblich und beträgt mit lediglich geringen Schwankungen im Mittel etwa 0.3%. Dieser durchgängig hohe Wert weist auf einen systematischen Meßfehler hin.

Da die „wahren“ Verluste der Spiegel nicht bekannt sind, wurden Korrelationsanalysen durchgeführt, um die Fehlerquelle einzukreisen. In einem ersten Ansatz wurde die Hypothese aufgestellt, daß alle vier Meßgrößen mit einem systematischen, multiplikativen Fehler f_X behaftet seien und für die Messungen an einer Probe gelte:

$$1 = f_S S + f_\tau \tau + f_\alpha \alpha + f_\rho \rho. \quad (4.1)$$

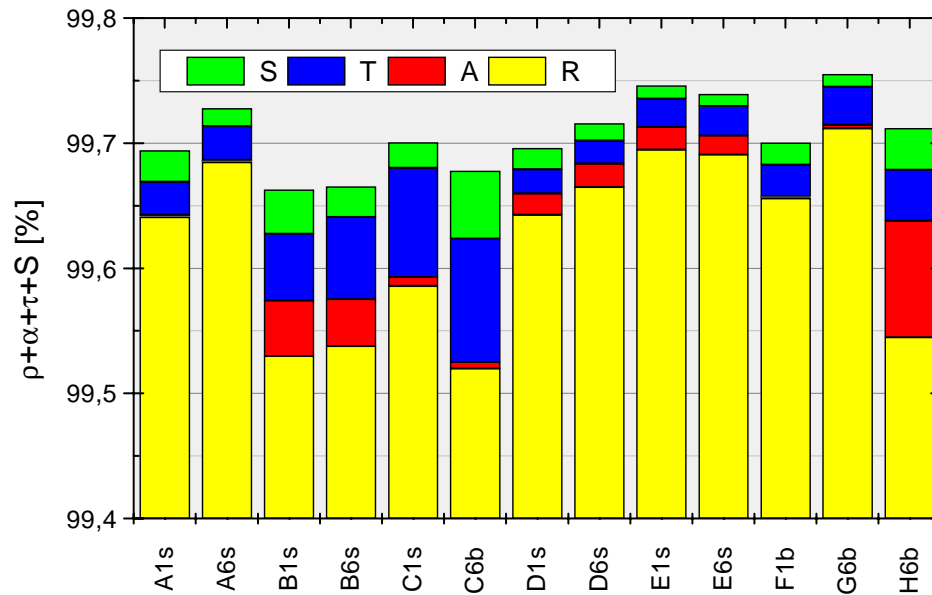


Abbildung 4.1: Addition von Reflektivität und optischen Verlusten

Die Korrekturfaktoren können dann durch beste Anpassung an den Satz der vorliegenden Meßwerte bestimmt werden:

$$\begin{aligned} \min &= \sum_i (1 - f_S S_i - f_\tau \tau_i - f_\alpha \alpha_i - f_\rho \rho_i)^2 \Rightarrow & (4.2) \\ 0 &= \sum_i (S_i) - f_S \sum_i (S_i^2) - f_\tau \sum_i (S_i \tau_i) - f_\alpha \sum_i (S_i \alpha_i) - f_\rho \sum_i (S_i \rho_i) \\ 0 &= \sum_i (\tau_i) - f_S \sum_i (S_i \tau_i) - f_\tau \sum_i (\tau_i^2) - f_\alpha \sum_i (\tau_i \alpha_i) - f_\rho \sum_i (\tau_i \rho_i) \\ 0 &= \sum_i (\alpha_i) - f_S \sum_i (\alpha_i S_i) - f_\tau \sum_i (\alpha_i \tau_i) - f_\alpha \sum_i (\alpha_i^2) - f_\rho \sum_i (\alpha_i \rho_i) \\ 0 &= \sum_i (\rho_i) - f_S \sum_i (\rho_i S_i) - f_\tau \sum_i (\rho_i \tau_i) - f_\alpha \sum_i (\rho_i \alpha_i) - f_\rho \sum_i (\rho_i^2) \end{aligned}$$

so daß sich durch Lösung des Gleichungssystems für den vorliegenden Meßdatensatz ergibt:

$$f_S = 53.3 \quad f_\tau = -28.2 \quad f_\alpha = -3.51 \quad f_\rho = 1.0048 \quad . \quad (4.3)$$

Die Berechnung der f_X ergibt also insbesondere für die der Transmissivität und den Streuverlusten zugeordneten Faktoren f_S und f_τ völlig unphysikalische Werte. Dieser Betrachtungsansatz muß daher verworfen werden.

Alternativ wurde eine zweite Arbeitshypothese aufgestellt, daß lediglich eine der vier Meßgrößen fehlerbehaftet sei und sich der gemessene Wert aus dem „wahren“ Wert ergebe als

$$X = f_X X_{\text{Wahr}} + \Delta_X \quad (4.4)$$

wobei mit f_X ein multiplikativer und mit Δ_X ein additiver Fehler angesetzt werden. Da die anderen Fehlergrößen als nicht fehlerbehaftet angenommen werden, kann der „wahre“ Wert jeweils aus den komplementären Messungen bestimmt werden, z.B. $S_{\text{Wahr}} = 1 - \alpha -$

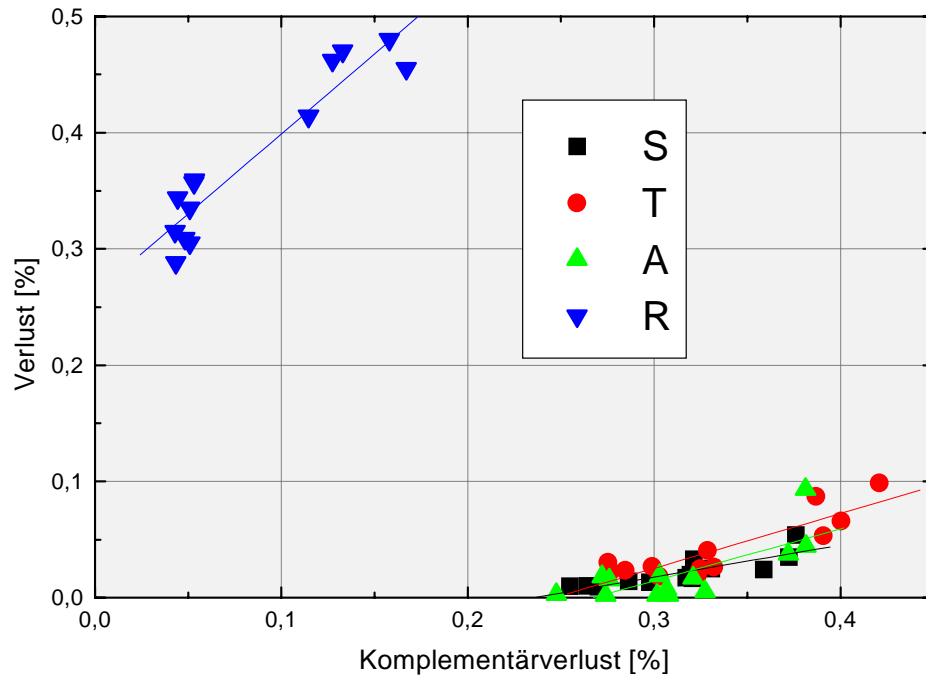


Abbildung 4.2: Korrelation der gemessenen Verluste mit ihren Komplementärverlusten

$\tau - \rho$. In Abbildung 4.2 sind für den Satz der untersuchten Proben jeweils die einzelnen Meßwerte gegenüber ihren als wahr angenommenen Komplementärwerten aufgetragen. Die Fehlergrößen f_X und Δ_X wurden jeweils durch eine lineare Regression ermittelt. Allerdings ergibt sich auch hier keine eindeutige Korrelation, anhand derer der vorliegende Meßfehler einem einzelnen Verfahren zugeordnet werden könnte.

Beschichtung	Abweichung der Gesamtverluste	Abweichung der Reflektivitäten
a	104	440
b	40	80
c [†]	430	660
d	23	220
e	28	40
Mittelwert	125(49 [‡])	288 (195 [‡])

[†]: Proben mit unterschiedlichen Substratmaterialien

[‡]: Unter Ausschluß von Beschichtungstyp c

Tabelle 4.3: Abweichung der Verlustmessungen zweier Proben mit identischen Beschichtungen

Zur Bestimmung der Fehlerquelle sollen daher im folgenden einige Plausibilitätsbetrachtungen durchgeführt werden. Die gemessenen Absorptions-, Streu- und Transmissionsverluste sind zwar durchweg fehlerbehaftet, doch kann der relative Fehler bei den hier gemessenen Proben jeweils sicher als unter 20% liegend angesetzt werden. Bei mittleren Verlusten $\bar{\alpha} = 204\text{ppm}$, $\bar{S} = 218\text{ppm}$ und $\bar{\tau} = 414\text{ppm}$ bedeutet dies, daß der Gesamtfehler dieser Größen deutlich geringer als 200ppm sein sollte. Dieser Wert liegt jedoch mehr als eine

Größenordnung unterhalb dem im Vergleich zu den Reflexionsgradmessungen ausgewiesenen Fehlbetrag von ca. 3000 ppm.

Bei der Reflektivitätsmessung ist die direkt erfaßte Meßgröße die Differenz des Produkts aus Proben- und Chopperreflektivität zu Eins: $S/S_0 = 1 - \rho_M \rho_C$. Der mittlere Wert dieser Größe betrug bei den Messungen ca. 1.5%, wobei der relative Meßfehler hier als weit unter 10^{-2} liegend angenommen werden kann und deshalb ebenfalls nicht den Fehlbetrag erklären kann. Für die Berechnung der eigentlich interessierenden Größe der Reflektivität ρ_M bzw. der Verluste $1 - \rho_M$ geht schließlich die Chopperreflektivität ein: $\rho_M = (1 - S/S_0) / \rho_C$. Wird für die Chopperreflektivität anstelle des aus der Kombinationsanordnung erhaltenen Wertes jener Wert verwendet, welcher sich aus dem Normentwurfsverfahren zur Kalibrierung ableitet, so ergeben sich um ca. 0.1% höhere Reflektivitätswerte. Das bedeutet einerseits, daß sich der Fehlbetrag von ca. 3000 ppm um etwa ein Drittel reduziert. Andererseits folgt daraus auch, daß sich dieser Fehler nunmehr innerhalb der großen Schwankungsbreite von $\pm 0.27\%$ bewegt, mit der die Chopperreflektivität ermittelt wurde.

Aufschlußreich ist auch die Betrachtung der Relativgenauigkeit der Messungen. Im Probenatz befanden sich 5 Paare von Proben mit identischen Beschichtungen, deren Verlustwerte theoretisch gleich sein sollten. In Tabelle 4.3 sind für diese Probenpaarungen jeweils die Beträge der Meßwertdifferenzen gegenübergestellt. Unter Außerachtlassung von Beschichtungstyp c , bei dem Proben mit unterschiedlichen Substratmaterialien verglichen werden, ergeben sich dabei mittlere Abweichungen von 5×10^{-5} für die Summe der Verlustmessungen, was lediglich 7% des mittleren Gesamtverlustwerts dieser Proben von 699 ppm entspricht. Bei den zum ermittelten Reflexionsgrad komplementären Verlusten ergibt sich ein Abweichungswert von 2×10^{-4} , welcher mit den bei den Reflektivitätsmessungen festgestellten Meßwertschwankungen von ca. 10^{-4} korreliert.

Vor dem Hintergrund dieser Betrachtungen können hinsichtlich der Genauigkeit des nach ISO/WD 13697 aufgebauten Reflektometers folgende Aussagen abgeleitet werden:

- Der im Vergleich der direkt ($S + \tau + \alpha$) und indirekten ($1 - \rho$) gemessenen optischen Verluste feststellbare Fehlbetrag von 3000 ppm ist im wesentlichen einem systematischen Meßfehler des Reflektometers zuzuordnen. Die Absolutgenauigkeit ist folglich mit 3×10^{-3} anzusetzen.
- Die Relativgenauigkeit des aufgebauten Reflektometers ist in der Größenordnung 10^{-4} abzuschätzen.

Verglichen mit der Bestimmung des Reflexionsgrads konnten die Laserspiegel hinsichtlich ihrer optischen Verluste mit einer erheblich höheren Präzision bestimmt werden. Die wahrscheinliche Hauptfehlerursache für die hohe Absolutgenauigkeit des Reflektometers ist in der dargestellten Problematik asymmetrisch verlaufender Teilstrahlen, welche mit verschiedenen Effizienzen detektiert werden, zu suchen.

Kapitel 5

Fazit

Für den lasertechnologischen Fortschritt ist die Verfügbarkeit von exakten, reproduzierbaren, aber auch einheitlichen Verfahren zur Charakterisierung der relevanten Eigenschaften der Laserkomponenten eine unverzichtbare Voraussetzung. Die Entwicklung dazu geeigneter Verfahren und deren Umsetzung in internationale Meßstandards ist eine Aufgabenstellung, an der sich unterschiedliche Partner aus Industrie und Wissenschaft beteiligen müssen. Im Brennpunkt solcher Standardisierungsbemühungen stehen derzeit vor allem zwei Normprojekte, welche sich mit der präzisen Ermittlung des Absorptions-, Reflexions- und Transmissionsgrads befassen. Hier ordnet sich die vorliegende Arbeit ein mit der Zielstellung, die Praktikabilität und Genauigkeit dieser in ISO 11551 und ISO/WD 13697 beschriebenen Meßkonzepte zu evaluieren.

Hinsichtlich der Absorptionsgradmessung wurde dazu der Stand der Umsetzung der internationalen Norm ISO 11551 auf unterschiedliche Lasersysteme im Wellenlängenbereich vom Ultravioletten bis zum fernen Infrarot analysiert. Während für den FIR- und, eingeschränkt, den MIR-Bereich eine problemlose Anwendbarkeit der Meßvorschrift dokumentiert werden konnte, traten bei den kürzeren Wellenlängen zum Teil erhebliche Defizite zutage. So zeigte sich, daß bei der Charakterisierung verlustarmer Optiken oftmals nur sehr geringe absorptive Aufheizungen erreicht werden, welche mit einfachen Laserkalorimetern kaum nachweisbar sind. Darüber hinaus können streustrahlungsbedingte Signalstörungen die Meßergebnisse erheblich verfälschen. Schließlich stellte sich heraus, daß die dem Normverfahren zugrunde liegende Voraussetzung einer stets homogenen Probertemperatur für viele Optikmaterialien nicht erfüllt wird.

In Anbetracht dieser Problemstellungen wurde ein theoretisches Modell entwickelt, mit dem der Zusammenhang zwischen der absorbierten Laserstrahlung und dem gemessenen Temperatursignal unter Berücksichtigung der Wärmeleitungsprozesse darstellbar ist. Zur Verifikation des Modells wurden für unterschiedliche Proben- und Bestrahlungsparameter Signalverläufe simuliert, die im Experiment bestätigt werden konnten. Der Einfluß der Wärmeleitfähigkeit auf die ortsabhängige Temperaturdynamik wurde detailliert untersucht, und Verfahren zur korrekten Bestimmung des Absorptionsgrads aus laserkalorimetrischen Daten konnten abgeleitet werden. Diese Verfahren bieten darüber hinaus den Vorteil, gegebenenfalls aufgetretene Signalstörungen detektieren zu können und somit eine Abschätzung über die jeweils vorliegende Meßunsicherheit zu ermöglichen. Die entwickelten Auswertalgo-

rithmen wurden in die Datenanalysesoftware implementiert, die zwecks einer weitgehenden Automatisierung in die Meßsteuerung eingebettet ist.

Um die Nachweisempfindlichkeit zu verbessern und die Störanfälligkeit zu reduzieren, wurden eine Reihe apparativer Verbesserungen erarbeitet. Diese umfaßten eine Optimierung der Strahlführung, die passive Stabilisierung der Proben temperatur, die Konstruktion speziell angepaßter Probenhalterungen und die Entwicklung einer empfindlichen Meßelektronik zur Aufbereitung der Temperatursignale. Zur Charakterisierung bei den Wellenlängen 532 nm und 1064 nm wurde ein lampengepumpter, dynamisch stabiler Nd:YAG-Laser in einem Hybridresonator entwickelt, mit dem Grundmodebetrieb wahlweise bei der fundamentalen (18 W) oder der frequenzverdoppelten Laserwellenlänge (2...5 W) möglich ist. Für weitere kalorimetrische Untersuchungen wurden auch Ho:YAG-, Er:YAG und CO₂-Laser als Strahlquellen eingesetzt.

Mit den geschilderten Maßnahmen gelang es erstmals, die Nachweisempfindlichkeit laserkalorimetrischer Absorptionsgradmessungen in den Sub-ppm-Bereich zu steigern. Dies widerlegt die zum Teil noch verbreitete Meinung, daß Laserkalorimetrie ein verhältnismäßig unempfindliches Verfahren sei, dessen Anwendbarkeit auf FIR-Optiken beschränkt ist, und kann dazu beitragen, daß auch zur Charakterisierung sehr kleiner Absorptionsverluste zukünftig in mehr Laboren dem Normverfahren nach ISO 11551 gegenüber anderen, uneinheitlichen und schwer kalibrierbaren Methoden der Vorzug gegeben wird.

Auch bei der Untersuchung des in ISO/WD 13697 beschriebenen Verfahrens zur Charakterisierung des Reflexions- und Transmissionsgrads wurde ein theoretisches Modell zur Simulation der Meßsignale erarbeitet, mit dessen Hilfe der Einfluß unterschiedlicher Parameter und die Störanfälligkeit studiert wurde.

Bei der Analyse des Meßkonzepts wurde die asymmetrische Strahlführung, welche unterschiedliche Detektionseffizienzen für die beiden verglichenen Strahlzweige bewirken kann, als eine wesentliche Fehlerquelle herausgestellt. Zur Reduzierung der damit verbundenen absoluten Meßungenauigkeiten wurden alternative Meßanordnungen entwickelt.

Zur experimentellen Überprüfung wurden zwei unabhängige, dem Normentwurf entsprechende Apparaturen bei den Laserwellenlängen 1064 nm und 10.6 µm aufgebaut und untersucht. Besonders die Strahlmodulationseinheit erwies sich dabei als problematisch hinsichtlich des Justageaufwands und der erreichbaren Abbildungspräzision. Insgesamt war die Absolutgenauigkeit der Reflexionsgradmessungen auf einige 10⁻³ (1064 nm) bzw. einige 10⁻² (10.6 µm) beschränkt.

Für die Bewertung der beiden untersuchten Charakterisierungsmethoden konnten entscheidende Erkenntnisse gewonnen werden:

- Die Norm ISO 11551 beschreibt ein für die Optikcharakterisierung im MIR- und FIR-Spektrum zuverlässig einsetzbares Meßverfahren. Bei Proben mit geringen Absorptionsverlusten und Optikmaterialien mit niedrigen Wärmeleitfähigkeiten ergeben sich diverse technische und konzeptionelle Schwierigkeiten bei der Umsetzung der Norm. Es gelang, apparative und prozessuale Verbesserungen zu entwickeln, mit denen auch in den letztgenannten Fällen Absorptionsgradmessungen mit hoher Empfindlichkeit und guter Präzision durchführbar sind. Mit diesen entsprechenden Modifikationen erweist sich der laserkalorimetrische Meßansatz von ISO 11551 als ein wertvolles In-

strument zur Bestimmung der Absorptionsverluste optischer Komponenten. Es konnte somit ein außerordentlich wichtiger Beitrag zur Diskussion des Normprojekts in den damit befaßten DIN- und ISO-Gremien geleistet werden. Vor dem Hintergrund der für das Verfahren aufgezeigten Unzulänglichkeiten wird derzeit bereits eine Revision von ISO 11551 zur Implementation der als notwendig aufgezeigten Ergänzungen und Verbesserungen initiiert. Einhergehend mit dem enormen erzielten Fortschritt hinsichtlich der Präzision und Empfindlichkeit des laserkalorimetrischen Verfahrens konnte eine große Akzeptanz für das Meßverfahren im industriellen Umfeld bewirkt werden.

- Der in ISO/WD 13697 beschriebene Ansatz zur Charakterisierung des Reflexions- und Transmissionsgrads von Laserkomponenten weist noch sowohl prinzipielle als auch technische Defizite auf. Insbesondere unter Berücksichtigung zusätzlicher Schwierigkeiten, welche im Zusammenhang mit zukünftig relevanten Meßapplikationen zu erwarten sind (etwa bei der Abbildung und Detektion von UV-Strahlung und der Verwendung repetierlicher Strahlquellen) stellt der Normentwurf in seiner bisherigen Form keinen hinreichenden Lösungsansatz dar. Es gelang jedoch, konzeptionelle Ansätze aufzuzeigen, die dringend einer weiteren Untersuchung bedürfen, um auch für die Bestimmung der Reflektivität und Transmissivität moderner Laseroptiken möglichst bald ein zuverlässiges und einheitliches Instrumentarium zur Verfügung zu stellen.

Insgesamt hat sich die begleitende Unterstützung der Normenarbeiten durch die hier geleisteten wissenschaftlichen Arbeiten als äußerst fruchtbar erwiesen.

Anhang A

Anhang

A.1 Verwendete Abkürzungen, Symbole und Begriffe

Abkürzung	Erläuterung
DIS	„Draft International Standard“: Internationaler Normentwurf
FIR	Fernes Infrarot
LC	„klassische“ Laserkalorimetrie (direkte Messung des Proben-temperaturanstiegs)
LI	Lock-In-Verstärker
MIR	Mittleres Infrarot
NTC	negative temperature coefficient resistor, Heißeleiter
NIR	Nahes Infrarot
PTD	photothermische Deflektion; Verfahren, bei denen absorptiv induzierte Temperaturgradienten zur Ablenkung eines Laserstrahls verwendet werden
US	„Ulbricht Sphere“: Ulbrichtkugel
UV	Ultraviolett
VIS	Sichtbares Spektrum
WD	„Working Draft“: Arbeitsentwurf

Tabelle A.1: Häufig gebrauchte Abkürzungen

Symbol	Einheit	Begriff
T	K	Probentemperatur
T_C	K	Umgebungs- bzw. Kammertemperatur
P	W	Eingestrahlte Laserleistung
P_{abs}	W	absorbierte Laserleistung
P_{ref}	W	reflektierte Laserleistung
P_{trans}	W	transmittierte Laserleistung
P_{scat}	W	gestreute Laserleistung
$\alpha = P_{\text{abs}}/P$	1, ppm	Absorptionsgrad
m	g	Masse
R	cm	Probenradius
$\rho_X = P_{\text{ref}}/P$	1, ppm	Reflexionsgrad der Probe X
L	cm	Probendicke
η	g/cm ³	Massendichte
c_p	J/gK	Spezifische Wärmekapazität
γ	1/s	Verlustkoeffizient
h	W/K cm ²	Wärmeverlustkoeffizient (Wärmestrahlung, Konvektion)
k^\dagger	W/K cm	Wärmeleitfähigkeit
$\kappa = k/\eta c_p^\ddagger$	mm ² /s	Thermische Diffusivität
S	1, ppm	Streuverluste
$\tau_X = P_{\text{trans}}/P$	1, ppm	Transmissionsgrad der Probe X
t_0, t_1, t_2	s	Beginn der Messung, Anfangs- und Endzeitpunkt der Bestrahlung
$t_B = t_2 - t_1$	s	Bestrahlungsdauer

Den folgenden Größen werden in ISO 7345 [44] von den obigen Angaben abweichende Symbole zugeordnet:

\dagger : Wärmeleitfähigkeit λ

\ddagger : Diffusivität a

Die hier stattdessen verwendeten, ebenfalls gebräuchlichen Formelzeichen vermeiden die Verwechslung mit anderen in der Optik benutzten Symbole.

Tabelle A.2: Symbole, Einheiten und Begriffe

A.2 Statistische Begriffe gemäß E 691

Im folgenden sollen die relevanten Begriffe der ASTM-Norm E691 '92: ("Standard Practice for Conducting an Interlaboratory Study to Determine the Precision of a Test Method: Statistical Definitions") kurz aufgelistet werden:

Zelle: Satz von Testergebnissen eines Labors gemessen an einem Satz von n als gleich angenommener Proben

Zellenmittelwert

$$\bar{x} := \sum_1^n \frac{x}{n}$$

wobei:

x : Einzelergebnis in der Zelle

n : Zahl der Einzelergebnisse der Zelle

Zellenstandardabweichung

$$s := \sqrt{\sum_1^n \frac{(x - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

Mittelwert der Zellmittelwerte

$$\check{x} := \sum_1^p \frac{\bar{x}}{p}$$

wobei:

p : Anzahl der Labore

Zellabweichung

$$d := \bar{x} - \check{x}$$

Standardabweichung der Zellmittelwerte

$$s_{\bar{x}} := \sqrt{\sum_1^p \frac{d^2}{p - 1}}$$

Standardabweichung der Wiederholbarkeit

$$s_r := \sqrt{\sum_1^p \frac{s^2}{p}}$$

Standardabweichung der Reproduzierbarkeit

$$(s_r)^* := \sqrt{s_{\bar{x}}^2 + s_r^2 \frac{n - 1}{n}}$$

Interlaborkonsistenzwert (zwei Dezimalstellen)

$$h := \frac{d}{s_{\bar{x}}}$$

Interlaborkonsistenzwert (zwei Dezimalstellen) bezüglich der Wiederholbarkeit

$$k := \frac{s}{s_r}$$

A.3 Streuverlustmessungen

Ein Verfahren zur Bestimmung der Streuverluste einer Laserkomponente wird im Normentwurf ISO/WD 13696 „Test method for radiation scattered by optical components“ [48] beschrieben. Dort wird die Größe der *Gesamtstreuung* (engl.: total scattering, im folgenden kurz: Streuung) definiert als das Verhältnis von der insgesamt in den vorderen Halbraum (Vorwärtsstreuung) und den hinteren Halbraum (Rückwärtsstreuung) gestreuten Strahlungsleistung zur Gesamtleistung der einfallenden Strahlung. Da im Normentwurf für die Gesamtstreuung kein Formelzeichen explizit angegeben wird, soll in dieser Arbeit das Symbol S zur Bezeichnung verwendet werden.

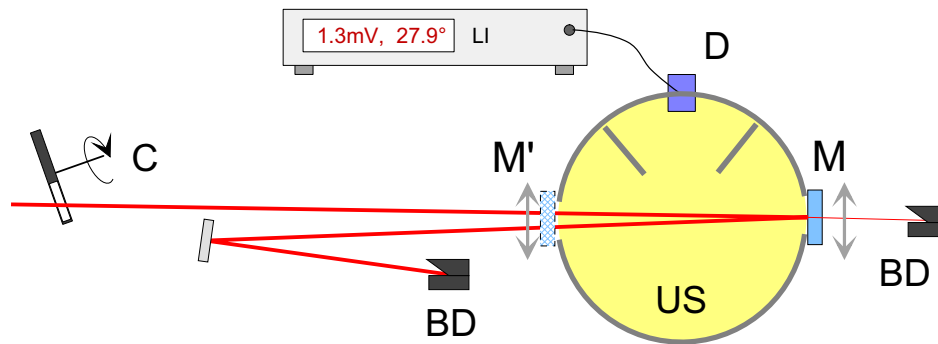


Abbildung A.1: Prinzipskizze einer Streumeßapparatur nach ISO/WD 13696

Die Streuung S wird bestimmt durch die separate Messung der Vorwärts- und Rückwärtsstreuung mit einer Meßanordnung, wie sie in Abbildung A.1 skizziert ist. Die zur Untersuchung eingesetzte Strahlung wird in einem Raumfilter (Teleskop mit angepaßter Blende am Ort des internen Fokus, nicht abgebildet) aufbereitet und (optional) mit einem Chopper moduliert. Zur Messung der Vorwärtsstreuung wird die Probe vor, zur Messung der Rückwärtsstreuung hinter der Ulbrichtkugel positioniert. Die jeweils gestreute Strahlung wird in der Kugel integriert und vom Detektor (ggf. phasen- und frequenzselektiv mit einem Lock-In-Verstärker) aufgezeichnet. Durch das laterale Verfahren der Probe kann eine orts aufgelöste Analyse des Streuverhaltens erfolgen, aus der ein Streugrundwert sowie weitere statistische Parameter abgeleitet werden können.

A.4 Kalorimetersoftware

Für die Steuerung, Aufzeichnung und Auswertung der laserkalorimetrischen Untersuchungen nach ISO 11551 wurden speziell angepaßte Softwareprogramme (Betriebssystem: Microsoft Windows) entwickelt, welche im folgenden grob erläutert werden sollen.

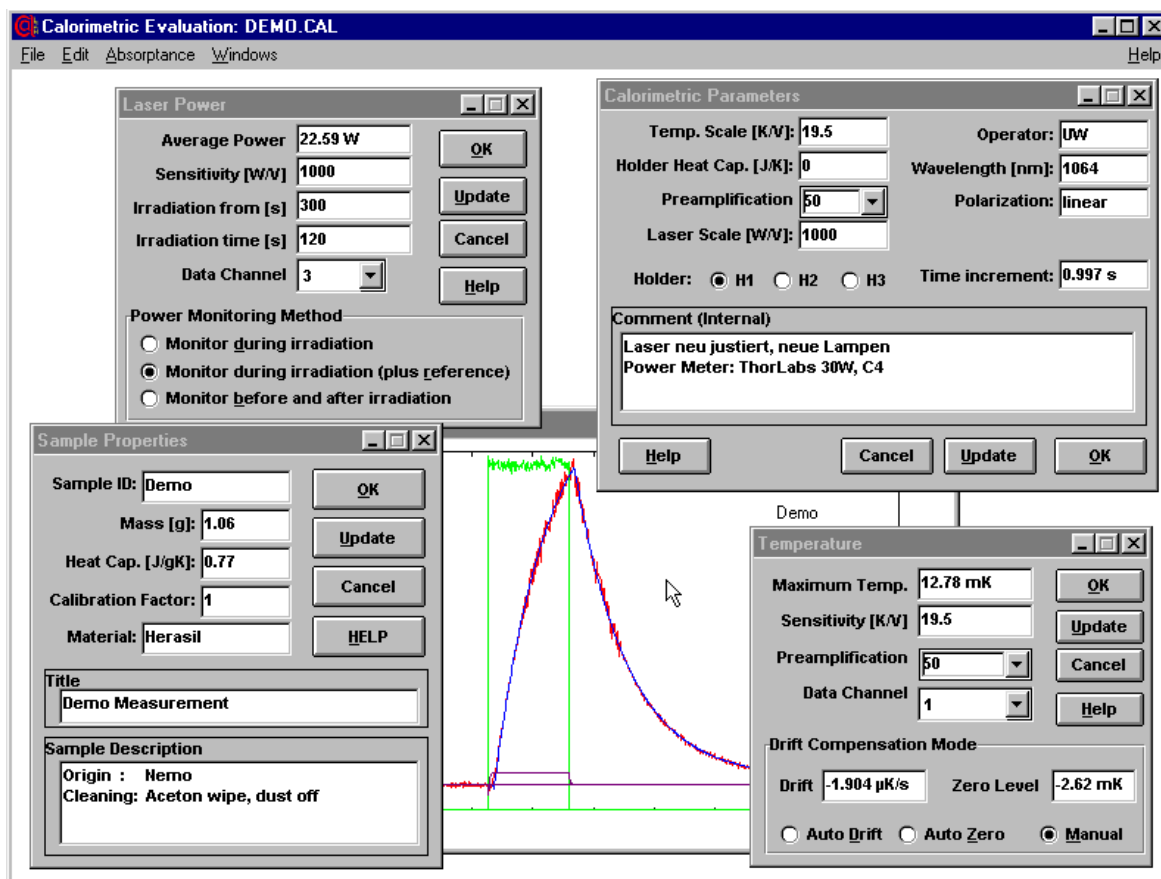


Abbildung A.2: Datenanalysesoftware: Parametrisierung der Daten

Das Meßwerterfassungsprogramm ermöglicht die gleichzeitige Erfassung von vier frei wählbaren Spannungssignalen (i.a. zwei Temperatursignale und zwei Leistungssignale) bei einstellbaren Samplingraten. Zu Kalibrierungszwecken können die Datenkurven korreliert werden. Signalvorverstärkungen von 1, 10, 100 oder 1000 können (optional) automatisch geregelt werden, um eine maximale Signaldynamik zu gewährleisten. Durch die Softwareansteuerung eines Laser-Shutters kann der komplette Meßablauf automatisch durchgeführt werden. Es sind Meßserien möglich mit frei einstellbaren Vorlauf- Bestrahlungs- und Nachlaufzeiten. Nach Beendigung einer Messung werden die erfaßten Daten zusammen mit den vom Benutzer eingegebenen Probandaten an das Auswertprogramm weitergeleitet.

Hier können die Probandaten sowie die Meßparameter weiter editiert werden (siehe Abbildung A.2). Für die Analyse der Daten steht eine Reihe von Werkzeugen zur Verfügung. So wird eine evtl. vorhandene lineare Temperaturdrift (wenn gewünscht) automatisch erkannt und kompensiert. Störphänomene, die in einem instantanen Temperatursprung während der Bestrahlung oder zu einem erhöhten Temperaturniveau nach der Abkühlung führen (siehe

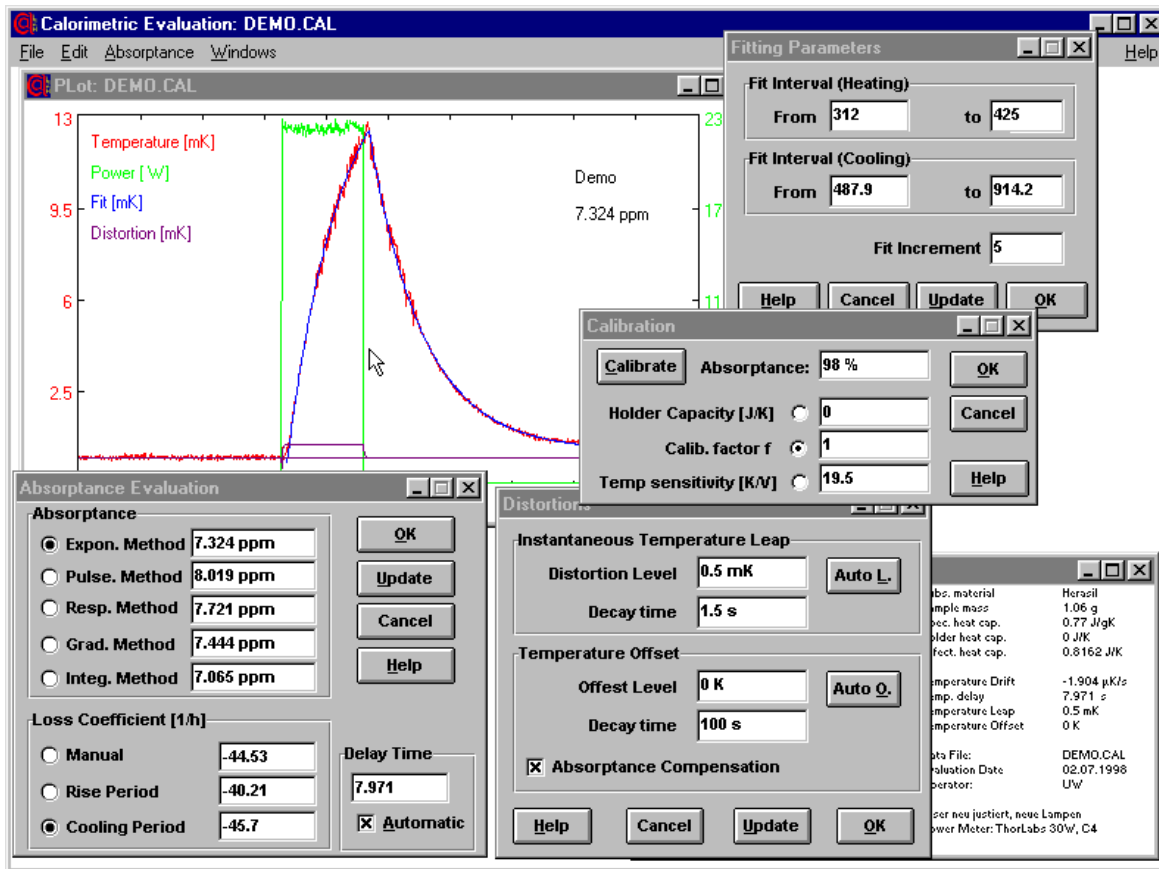


Abbildung A.3: Datenanalysesoftware: Evaluierung der Daten

Abschnitt 2.6.3), können ebenfalls behandelt werden. Bei der Auswertung des Absorptionsgrads stehen fünf unterschiedliche Verfahren (darunter die ISO 11551-Methoden) zur Verfügung. Diese Vielzahl ermöglicht die Überprüfung der Konsistenz der einzelnen Ergebnisse und trägt somit zu einer Erhöhung der Zuverlässigkeit bei.

Abschließend kann das Meßergebnis incl. aller Meßparameter und Kommentare in einer Datei abgespeichert werden. Der Ausdruck eines Meßprotokolls sowie die Ausgabe der Meßkurven in ASCII-Format oder graphisch als Metafile sind ebenfalls möglich.

Literaturverzeichnis

- [1] ANAN'EV, A. V. und N. A. MOSKVIN: *Polarization method of measuring small light absorptions using a CW laser*. Sov. J. Opt. Technol., 56 (2):63 ff, 1989.
- [2] ANDERSON, D. Z, J. C. FRISCH und C. S. MASSER: *Mirror Reflectometer Based on Optical Cavity Decay Time*. Applied Optics, 23:1984, April 1984.
- [3] BÄHR, ULRICH: *Ortsaufgelöste Messung der Reflektivität nach ISO/WD 13697*. Diplomarbeit, Universität Hannover, 1997.
- [4] BAURÈS, P. Y. und C. N. MAN: *Measurements of Optical Absorption at 1.06 μ m in Low-Loss Materials*. Optical Materials 2, 2(4):241–247, 1993.
- [5] BECKER, HANS W., VOLKER SCHEUER und THEO T. TSCHUDI: *Low-Power Laser Calorimetry with High Resolution*. In: *Optical Interference Coatings*, Band 2253, Seiten 1152–1161. SPIE, 1994.
- [6] BENNETT, H. E. und D. K. BURGE: *Simple Expressions for Predicting the Effect of Volume and Interface Absorption and of Scattering in High-Reflectance or Antireflectance Multilayer Coatings*. J. Opt. Soc. Am., 70(3):268–276, March 1980.
- [7] BENNETT, J. M.: *Optical Scattering and Absorption Losses at Interfaces and in Thin Films*. Thin Solid Films, 123:27–44, 1985.
- [8] BERNAL, G. ENRIQUE: *Heat Flow Analysis of Laser Absorption Calorimetry*. Applied Optics, 14:314, 1975.
- [9] BITTAR, A. und J. D. HAMLIN: *High-Accuracy True Normal-Incidence Absolute Reflectometer*. Applied Optics, 23:4054, 1984.
- [10] BOCCARA, A. C., D. FOURNIER und J. BADOZ: *Thermo-Optical Spectroscopy: Detection by the 'Mirage Effect'*. Appl. Phys. Lett., 36(2):130–132, January 1980.
- [11] BOCCARA, A. C., D. FOURNIER, W. JACKSON und N. M. AMER: *Sensitive Photothermal Deflection Technique for Measuring Absorption in Optically Thin Media*. Optics Letters, 5:377–379, September 1980.
- [12] BORIK, S. und A. GIESEN: *Finite element analysis of the transient behaviour of optical components under irradiation*. In: *Laser-Induced Damage in Optical Materials*, Band Vol. 1441, Seiten 420–429. SPIE, 1990.

- [13] BRAZHNİK, P. K. und M. A. NOVIKOV: *Maximum sensitivity of laser optical methods of photothermal spectroscopy*. Opt. Spectrosc. (USSR), 70 (2):264–266, 1991.
- [14] BRONSTEIN, I. N. und K. A. SEMEMDJAJEW: *Taschenbuch der Mathematik*. Verlag Harri Deutsch, Thun und Frankfurt/Main, 23 Auflage, 1979.
- [15] BUBENZER, ACHIM und PETER KOIDL: *Exact Expressions For Calculating Thin-Film Absorption Coefficients from Laser Calorimetric Data*. Applied Optics, 23(17):2886–2891, September 1984.
- [16] BUNIMOVICH, D., E. BELOTSEKOVSKY, L. NAGLI und A. KATZIR: *Measurements of absorption coefficients using noncontact fiber-optic laser calorimetry*. Applied Optics, 34(4):743 ff, 1995.
- [17] CASTELLINI, CARLO, GABRIELE EMILIANI, ENRICO MASETTI, PASQUALE POGGI und P. PIETRO POLATO: *Characterization and Calibration of a Variable-Angle Absolute Reflectometer*. Applied Optics, 29(4):538, 1990.
- [18] CHEN, LIANG-YAO, YI SU, HONG-ZHOU MA, SHI-MING ZHOU, YU WANG und YOU-HUA QIAN: *New Design to Measure Absolute Spectral Reflectivity*. In: *Current Developments in Optical Design and Engineering VI*, Band 2863, Seiten 430–441. SPIE, November 1996.
- [19] COLE, K. D. und W.A. MCGAHAN: *Theory of multilayers heated by laser absorption*. Micromechanical Systems ASME 1992, DSC-Vol. 40:267 ff, 1992.
- [20] COMMANDRÉ, MIREILLE und PIERRE ROCHE: *Characterization of Optical Coatings by Photothermal Deflection*. Applied Optics, 35:5021, 1996.
- [21] CORIAND, F., H.-G. WALTHER und E. WELSCH: *Measurement of Thickness Dependence of Absorption in HfO₂ and ZnS Single-Layer Films*. Thin Solid Films, 130:29–35, 1985.
- [22] COUFAL, HANS: *Pyroelectric Detection of Radiation-Induced Thermal Wave Phenomena*. IEEE Transactions on ultrasonics, ferroelectrics, and frequency control, 33(5):507–512, September 1986.
- [23] DAHMEN, M., C. R. HAAS, E. W. KREUTZ und D. A. WESNER: *Degradation of optical components in laser machines for manufacturing*. In: *Laser-Induced Damage in Optical Materials: 1994*, Band Vol. 2428, Seiten 248–254. SPIE, 1995.
- [24] DECKER, D. L. und P. A. TEMPLE: *The Design and Operation of a Precise, High Sensitivity Adiabatic Laser Calorimeter for Window and Mirror Material Evaluation*. In: *Laser Induced Damage in Optical Materials 1977*, Band 509, Seiten 281–285. National Bureau of Standards Special Publication, 1977.
- [25] DIECKMANN, MANFED, U. WILLAMOWSKI, D. RISTAU, H. WELLING, B. STEIGER, J. FRANKE und R. WOLF: *Antireflective coatings on optical fibers for high-power solid state lasers*. In: *Laser-Induced Damage in Optical Materials*, Band 1848, Seiten 265–280. SPIE, 1993.

- [26] DIECKMANN, MANFRED, DETLEV RISTAU, UWE WILLAMOWSKI und HOLGER SCHMIDT: *Measurement of Thermal Conductivity in Dielectric Films by the Thermal Pulse Method*. In: *Optical Interference Coatings*, Band 2253, Seiten 712–719. SPIE, 1994.
- [27] DIJON, JEAN, E. VAN OST, C. PELLE und PHILIPPE LYAN: *Laser-Induced Absorption at 355 Nm in Silica Studied by Calorimetry and Photothermal Deflection*. In: *Laser-Induced Damage in Optical Materials*, Band 2714, Seiten 61–70. SPIE, May 1995.
- [28] DING, A.: *Temperaturmessung mit SMD-Transistoren*. Mündliche Mitteilung, 1997.
- [29] *E 691 - Standard Practice for Conducting an Interlaboratory Study to Determine the Precision of a Test Method*. ASTM Standard, January 1992. American Society for Testing and Materials.
- [30] EHLERS, HENRIK: *Absolutes Meßverfahren zur präzisen Bestimmung der Reflektivität - Untersuchungen zu dem Normentwurf ISO/WD 13697*. Diplomarbeit, Universität Hannover, 1998.
- [31] EVA, E. und KLAUS R. MANN: *Nonlinear Absorption Phenomena in Optical Materials for the UV-Spectral Range*. In: *Third International Workshop on Laser Beam and Optics Characterization*, Seiten 476–482. SPIE, 1996.
- [32] EVA, E. und KLAUS R. MANN: *High-Resolution Calorimetric Absorption Measurements on Optical Components for Excimer Lasers*. In: *Laser-Induced Damage in Optical Materials: 1996*, Seiten 48–55. SPIE, 1997.
- [33] *F 1048: Standard Test Method for Measuring the Effective Surface Roughness of Optical Components by Total Integrated Scattering*. ASTM Standard, May 1987. American Society for Testing and Materials.
- [34] GROSS, TOBIAS: *Resonatorinterne Frequenzverdopplung für die Laserkalorimetrie bei 532nm und 1064nm*. Diplomarbeit, Universität Hannover, 1995.
- [35] GROSS, TOBIAS, FALCO DRESCHAU, DETLEV RISTAU, M. ADAMIK und P. FUHRBERG: *Characterisation of Laser Components for High-Power Ho:YAG-Lasers*. In: EXARHOS, GREGORY J., ARTHUR H. GUENTHER, MARK R. KOZLOWSKI und M. J. SOILEAU (Herausgeber): *Laser-Induced Damage in Optical Materials*, Band 3244, Seiten 111–117. SPIE, 1997.
- [36] GUMINETSKII, S. G.: *On The Method of Measuring the Reflectance of Objects Using a Device in the Form of Coupled Photometric Spheres*. *Optics and Spectroscopy*, 78(3):496–501, 1995.
- [37] GU, ZU-HAN und RICHARD S. DUMMER: *Small Angle Bidirectional Reflectance Distribution Function*. *Applied Optics*, 29(10):4176–4181, October 1990.
- [38] HANSSSEN, L. M.: *Effects of Non-Lambertian Surfaces on Integrating Sphere Measurements*. *Applied Optics*, 35(19):3597–3605, July 1996.

- [39] HASS, MARVIN, JAMES W. DAVISSON, HERBERT B. ROSENTOCK und JULIUS BABISKIN: *Measurement of Very Low Absorption Coefficients by Laser Calorimetry*. Applied Optics, 14:1128, 1975.
- [40] HENKING, RAINER, D. RISTAU und F. VON ALVENSLEBEN: *Ion-Beam-Sputtering: a deposition process for laser components of the future*. Laser und Optoelektronik, 28(2):43 ff, 1996.
- [41] HORDVIK, A.: *Measurement Techniques for Small Absorption Coefficients: Recent Advantages*. Applied Optics, 16(11):2827–2833, November 1977.
- [42] HOUSE II, RICHARD A., ROGER D. PETTY und DAVID J. GALLANT: *Instrumentation for optical characterization of laser optics*. In: *Mirrors and Windows for High Power / High Energy Laser Systems*, Band 1047, Seiten 266–275. SPIE, 1989.
- [43] IGNAT'EV, S. V., YU. I. KOROLEV, M. A. NOVIKOV und A. E. ROZENTAL': *Photothermal method of measuring weak absorption in a polarizing interferometer*. Zhurnal Prikladnoi Spektroskopii, 50(5):783–790, May 1988.
- [44] *ISO 7345: Thermal Insulation - Physical quantities and definitions*. International Standard, 1987. International Organization for Standardization.
- [45] *EN ISO 11145: Begriffe und Formelzeichen*. Europäische Norm für Optik und optische Instrumente: Laser und Laseranlagen: Prüfverfahren für Laserstrahlparameter, 1994. Deutsches Institut für Normung e.V.
- [46] *EN ISO 11146: Strahlmessungen, Divergenzwinkel und Strahlpropagationsfaktor*. Europäische Norm für Optik und optische Instrumente: Laser und Laseranlagen: Prüfverfahren für Laserstrahlparameter, 1997. Deutsches Institut für Normung e.V.
- [47] *ISO 11551: Test Method for Absorptance of Optical Laser Components*. International Standard, 1997. International Organization for Standardization.
- [48] *ISO/WD 13696: Test Method for Radiation Scattered by Optical Components*. Working Draft of ISO TC 172/SC 9/WG 6, 1997. International Organization for Standardization.
- [49] *ISO/WD 13697: Test Method for Reflectance and Transmittance of Optical Laser Components*. Working Draft of ISO TC 172/SC 9/WG 6, Document N 56, 1995. International Organization for Standardization.
- [50] JACKSON, W. B., N. M. AMER, A. C. BOCCARA und D. FOURNIER: *Photothermal deflection spectroscopy and detection*. Applied Optics, 20(8):1333–1344, 1981.
- [51] JEWELL, JOHN M., GLEN M. WILLIAMS, JAMES JAGANATHAN und I. D. AGGARWAL: *Separation of Intrinsic and Extrinsic Optical Absorption in a Fluoride Glass*. Appl. Phys. Lett., 59(1):1–3, July 1991.
- [52] KOGELNIK, H. und T. LI: *Laser Beams and Resonators*. Proceedings of the IEEE, 54(10):1312–1329, 1966.

- [53] KOGELNIK, HERWIG: *Imaging of optical modes - resonators with internal lenses*. The Bell System Technical Journal, Seiten 455–494, March 1965.
- [54] KONASHENOK, V. N. und N. V. ROMANOVA: *Optical Reflectometer for Specular Reflection*. Journal of Optical Technology, 61(10):767–768, October 1994.
- [55] KOSCHADE, U. und B. STEIGER: *Test of Experimental Set-Up for Reflectance Measurement at Wavelengths 1.06 and 10.6 μ m*. In: *Proceedings Fourth International Workshop on Laser Beam and Optics Characterization*, Seiten 634–641. VDI, 1997.
- [56] KRUPKA, RENÉ, KNUT JASPER und ADOLF GIESEN: *Photothermal Characterization of Optical Laser Components at 10.6 μ m*. In: BENNETT, HAROLD E., ARTHUR H. GUENTHER, MARK R. KOZLOWSKI, BRIAN E. NEWNAM und M. J. SOILEAU (Herausgeber): *Laser-Induced Damage in Optical Materials: 1994*, Band 2428, Seiten 101–112. SPIE, 1995.
- [57] KUBYSHKIN, ALEXANDER P., MAXIM P. MATROSOV und ALEXANDER A. KARABUTOV: *Photothermal Measurement of Bulk and Surface Absorption of Transparent Infrared Optical Elements*. Optical Engineering, 33(10):3214–3220, 1994.
- [58] MANGIN, J., P. STRIMER, T. SALVA und C. POIGNON: *Accurate Measurement of Weak Absorption in Pyroelectric Optical Materials*. In: *Specification, Production, and Testing of Optical Components and Systems*, Band 2775, Seiten 159–165. SPIE, August 1996.
- [59] MCGAHAN, WILLIAM A. und K.D. COLE: *Solutions of the heat equation in multilayers for photothermal deflection experiments*. J. Applied Physics, 72(4):1362–1373, 1992.
- [60] MEADE, M. L.: *Lock-in amplifiers: principles and applications*. Peter Peregrinus Ltd., London UK, 1983.
- [61] MELTON, LYNN A., TUQUIANG NI und QINGZHENG LU: *Photoacoustic calorimetry: a new design and improved analysis algorithms*. Rev. Sci. Instrum., 60(10):3217, 1989.
- [62] MORAVEC, T.J. und E. BERNAL: *Automation of a Laser Absorption Calorimeter*. Applied Optics, 17:1938–1943, 1978.
- [63] OBRAMSKI, H.-J. und A. GIESEN: *Measurement of Optical Absorption Losses in Laser Components at 1.064 μ m by Using a Compensation Method*. In: *Fourth International Workshop on Laser Beam and Optics Characterization*, Seiten 619–632. VDI, 97.
- [64] PALMER, J.R.: *Thermal shock: catastrophic damage to transmissive optical components in high power continuous wave and repetitive pulsed laser environments*. In: *Mirrors and Windows for High Power / High Energy Laser Systems*, Band 1047, Seiten 87–140. SPIE, 1989.

- [65] PFEIFER, UTE und BERNHARD STEIGER: *Investigation of optical calorimetric absorptance of Suprasil and CaF₂ substrates in the UV range*. In: *Laser-Induced Damage in Optical Materials*, Band 3244, Seiten 296–303. SPIE, 1997.
- [66] PINNOW, D. A. und T.C. RICH: *Development of a calorimetric method for making precision optical absorption measurements*. *Applied Optics*, 12(5):984–992, 1973.
- [67] REICHLING, M. und H. GRÖNBECK: *Harmonic Heat Flow in Isotropic Layered Systems and its Use for Thin Film Thermal Conductivity Measurements*. *J. Appl. Phys.*, 75(4):1914–1922, 1994.
- [68] RICHTER, WOLFGANG, STEFAN M. SARGE und FRANK KAMMER: *Calorimetric Support of Directional-Hemispherical Reflection Measurements in the Infrared Spectral Range*. *Applied Optics*, 33(7):1270, 1994.
- [69] RISTAU, D., J. EBERT und H. WELLING: *Optische Beschichtungen Für Hochleistungslaser / Optical Coatings for High Power Lasers*. *Laser und Optoelektronik*, 21(4):48–55, 1989.
- [70] RISTAU, DETLEV und JOHANNES EBERT: *Development of a thermographic laser calorimeter*. *Applied Optics*, 25(12):4571–4578, December 1986.
- [71] RISTAU, DETLEV, U. WILLAMOWSKI, H. WELLING, W. PLASS und A. GIESEN: *Evaluation of a Round-Robin Test on Optical Absorption at 10.6 μ m*. In: GIESEN, ADOLF und MICHEL MORIN (Herausgeber): *Third International Workshop on Laser Beam and Optics Characterization*, Band 2870, Seiten 502–514. SPIE, 1996.
- [72] ROGER, J. P., P. GLEYZES, H. EL RHALEB, D. FOURNIER und A.C. BOCCARA: *Optical and thermal characterization of coatings*. *Thin Solid Films*, 261:132–138, 1995.
- [73] ROSENCWAIG, ALLAN und ALLEN GERSHO: *Theory of photoacoustic effect with solids*. *Journal of Applied Physics*, 47(1):64 ff, 1976.
- [74] ROSENSTOCK, HERBERT B., MARVIN HASS, DON A. GREGORY und JAMES A. HARRINGTON: *Analysis of Laser Calorimetric Data*. *J. Opt. Soc. Am.*, 67:252, 1977.
- [75] SAHOO, N.K. und K.V.S.R. APPARAO: *Laser calorimeter for UV absorption measurement of dielectric films*. *Applied Optics*, 31(28):6111, 1992.
- [76] SASNETT, MICHAEL W. und TIMOTHY J. JOHNSTON: *In-Situ Measurement of Output Coupler Absorption Using a Beam Propagation Analyzer*. In: *Lasers as Tools for Manufacturing*, Band 2062, Seiten 40–49. SPIE, February 1994.
- [77] SCHUESSLER, H. A., S. H. CHEN, Z. RONG, Z. C. TANG und E. C. BENCK: *Cavity-enhanced photothermal spectroscopy: dynamics, sensitivity, and spatial resolution*. *Applied Optics*, 31(15):2669 ff, 1992.
- [78] SCHULZ, HERMANN: *Physik mit Bleistift*. Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, New York, London, Paris, Tokyo, Hong Kong, Barcelona, 1991. Einführung in die Rechenmethoden der Naturwissenschaften.

- [79] SHEFFER, DAN, URI P. OPPENHEIM, DIETER CLEMENT und ADAM D. DEVIR: *Absolute Reflectometer for the 0.8 – 2.5 μ m Region*. Applied Optics, 26:583, 1987.
- [80] SNAIL, KEITH A. und LEONARD M. HANSEN: *Integrating Sphere Designs with Isotropic Throughput*. Applied Optics, 28:1793–1799, May 1989.
- [81] SNAIL, KEITH A., ARTHUR A. MORRISH und LEONARD HANSEN: *Absolute Specular Reflectance Measurements in the Infrared*. In: *Materials and Optics for Solar Energy Conversion and Advanced Lighting Technology*, Band A87-36529 15-74, Seiten 143–150. SPIE, 1987.
- [82] STEIGER, BERNHARD, UTE PFEIFER, PETER MEJA, ULRIKE BROULIK und VOLKER NEUMANN: *Practicability of Absorption Measurements According to ISO/FDIS 11551*. In: *Third International Workshop on Laser Beam and Optics Characterization*, Band 2870, Seiten 495–501. SPIE, 96.
- [83] STOLZ, C. J., T. G. SARGINSON und J. R. TAYLOR: *Nonlinear Absorption in High Reflector Multilayers*. In: *Annual Symposium on Optical Materials for High-Power Lasers*. SPIE, November 1993.
- [84] SWIMM, RANDALL T., YIMING XIAO und MICHAEL BASS: *Calorimetric Study of Optical Absorption of Suprasil W-1 Fused Quartz at Visible, Near-IR, and Near-UV Wavelengths*. Applied Optics, 24(3):322–323, February 1985.
- [85] TAM, ANDREW C.: *Photoacoustic and photothermal spectroscopy*. L.I.A. (ICALEO: International Congress on Applications of Lasers and Electro-Optics), 49,50,51:121–131, 1985.
- [86] TEMPLE, P. A.: *Measurement of Thin-Film Optical Absorption at the Air-Film Interface Within the Film and at the Film-Substrate Interface*. Appl. Phys. Lett., 34(10):677–679, May 1979.
- [87] TEMPLE, P. A.: *Experimental and Theoretical Considerations in Thin Film Laser Calorimetry*. In: *Optical Thin Films*, Seiten 156–162. SPIE, 1982.
- [88] THOMAS, MICHAEL: *Testing Optical Coatings*. Lasers & Optronics, 12, 1995.
- [89] VAN HEERDEN, STEPHANUS P., WOUTER KLOPPER, FRANCOIS J. PRINSLOO und A. FORBES: *Influence of Finite Absorption in Transmission Optics on the Propagation of High Average-Power Pulsed CO₂ Laser Beams*. In: *Third International Workshop on Laser Beam and Optics Characterization*, Band 2870, Seiten 515–520. SPIE, 1996.
- [90] VOSS, A, W. PLASS und A. GIESEN: *Simple High-Precision Method for Measuring the Specular Reflectance of Optical Components*. Applied Optics, 33(36):8370–8374, 1994.
- [91] WALTHER, H. G., E. WELSCH und J. OPFERMANN: *Calculation and measurement of the absorption in multilayer films by means of photoacoustics*. Thin Solid Films, 142:27–35, 1986.

- [92] WANG, GUIFEN, GENYUAN MA, GUANGYING ZHANG und GEFENG ZHANG: *Photoacoustic Investigation of Low Optical Absorption in Several Nonlinear-Optical Crystals*. J. Appl. Phys., 71(2):586–589, January 1992.
- [93] WELSCH, E.: *Photothermal Absorption Measurements on Optical Thin Films*. Laser & Optoelectronics, 1997.
- [94] WELSCH, E., K. ETRICH, D. RISTAU und U. WILLAMOWSKI: *Absolute Measurement of Thermophysical and Optical Thin-Film Properties by Photothermal Methods*. In: *Boulder Damage*, 1997.
- [95] WELSCH, E. und D. RISTAU: *Photothermal measurements on optical thin films*. Applied Optics, 34(31):7239–7253, 1995.
- [96] WELSCH, E., H. G. WALTHER, P. ECKHARDT und TON LAN: *Low-absorption measurement of optical thin films using the photothermal surface-deformation technique*. Can. J. Phys., 66:638 ff, 1988.
- [97] WELSCH, EBERHARD und M. REICHLING: *Micrometer Resolved Photothermal Displacement Inspection of Optical Coatings*. J. Mod. Opt, 40:1455–1475, 1993.
- [98] WELSCH, EBERHARD, HEINZ-GUENTER WALTHER, KERSTIN FRIEDRICH und PETER ECKHARDT: *Separation of optical thin-film and substrate absorption by means of photothermal surface deformation technique*. J. App. Phys., 67(10):6675 f, 1990.
- [99] WILLAMOWSKI, UWE, M. DIECKMANN, D. RISTAU, U. BROULIK, B. STEIGER und W. RIEDE: *Laser induced damage threshold measurements according to ISO/DIS 11254-1: Results of a national round robin experiment on Nd:YAG-laser optics*. In: *Proceedings Fourth International Workshop on Laser Beam and Optics Characterization*, Seiten 314–323. SPIE, 1997.
- [100] WILLAMOWSKI, UWE, TOBIAS GROSS, DETLEV RISTAU und HERBERT WEL- LING: *Calorimetric measurement of optical absorption and transmissivity with sub- ppm sensitivity*. In: *Specification, Production, and Testing of Optical Components and Systems*, Band 2775, Seiten 148–158. SPIE, 1996.
- [101] WILLAMOWSKI, UWE, D. RISTAU, F. VON ALVENSLEBEN, N. RENG, A. DING, F. OPITZ, A. AFSHARHAMDI, H.-J. OBRAMSKI und A. GIESEN: *Absorptance measurements according to ISO 11551: Results of a national round robin experiment on Nd:YAG-laser optics*. In: *Fourth International Workshop on Laser Beam and Optics Characterization*, Seite 355. VDI, 97.
- [102] WILLAMOWSKI, UWE und H. WELLING T. GROSS, D. RISTAU: *Calorimetric measurement of optical absorption at 532nm and 1064nm according to ISO/FDIS 11551*. In: *Third International Workshop on Laser Beam and Optics Characterization*, Band 2870, Seiten 483–494. SPIE, 1996.

- [103] WOLF, R., G. ZSCHERPE, E. WELSCH, V. GOEPNER und D. SCHÄFER: *Ageing Influence on the Absorption and Laser Damage Resistance of Ta₂O₅ Thin Films*. Journal of Modern Physics, 34(12):1585–1588, 1987.
- [104] WU, Z. L., M. REICHLING, X.-Q. HU, K. BALASUBRAMANIAN und K.-H. GUENTHER: *Absorption and thermal conductivity of oxide thin films measured by photothermal displacement and reflectance methods*. Applied Optics, 32(28):5660 f., 1993.
- [105] ZIMMERMANN, P.: *A High-Sensitive Laser Calorimeter for Temperature-Dependent Absorption Measurement of Bulk- and Thin Film-Materials at $\lambda = 10,6\mu\text{m}$* . Experimentelle Technik der Physik, 39(3):213–218, 1990.
- [106] ZIMMERMANN, P., D. RISTAU, E. WELSCH, G. LANGER und M. REICHLING: *Potentiality of the Photothermal Surface-Displacement Technique for Precisely Performed Absorption Measurement of Optical Coatings*. Applied Physics A, A 58:377–383, 1994.
- [107] ZWINKELS, JOANNE C., M. NOEL und C. X. DODD: *Procedures and Standards for Accurate Spectrophotometric Measurements of Specular Reflectance*. Applied Optics, 33(34):7933–7944, December 1994.

Tabellenverzeichnis

2.1	Probensatz Absorptionsmessung $10.6\mu\text{m}$	10
2.2	Probensatz Absorptionsmessung 1064nm	13
2.3	Thermophysikalische Eigenschaften wichtiger Optikmaterialien	36
2.4	Absorptionsgrad von KTP-Kristallen	51
3.1	Probenanordnungen im Kombinationsaufbau	70
3.2	Probenanordnungen beim „Direktmeßkonzept“	72
3.3	Probenanordnungen im modifizierten Castelliniaufbau	76
3.4	Korrekturfaktoren zur Berücksichtigung der Choppertransmission	80
3.5	Apparaturdaten der Reflektometer	88
3.6	Vergleich der reflektometrischen Konzepte	91
4.1	Probensatz für die komplementären Verlustmessungen	93
4.2	Ergebnisse der komplementären Verlustmessungen in ppm	94
4.3	Abweichung der Verluste zweier Proben mit identischen Beschichtungen	96
A.1	Häufig gebrauchte Abkürzungen	101
A.2	Symbole, Einheiten und Begriffe	102

Lebenslauf

10. 1. 1967 geboren in Lehrte

1973-1977 Besuch der Grundschule Otze

1977-1986 Besuch des Gymnasiums Burgdorf

Abschluß: Abitur

1986-1993 Studium der Physik an der Universität Hannover

Abschluß: Diplom

seit 1993 wissenschaftlicher Mitarbeiter am Laser Zentrum Hannover e.V.

Danksagung

Die hier dargestellten Arbeiten wurden unter der Anleitung von Prof. Dr. H. Welling und Dr. D. Ristau am Laser Zentrum Hannover e.V. durchgeführt. Sie waren eingebunden in das internationale Eureka-Projekt EUROLASER CHOCLAB, das die Zielstellung verfolgt, Verfahren zur Charakterisierung von Laserstrahlen und Laserkomponenten zu entwickeln, zu prüfen und in internationale Standards einzubringen. In diesem Zusammenhang wurden Teilergebnisse aus Prioritätsgründen vorveröffentlicht [100, 101, 99].

Gefördert wurden diese Arbeiten vom Bundesministerium für Bildung, Wissenschaft, Forschung und Technologie unter dem Kennzeichen 13EU0140/1.

Meinem Betreuer Herrn Prof. H. Welling danke ich dafür, mir die Durchführung der Arbeit am Laser Zentrum Hannover e.V. ermöglicht zu haben.

Besonderer Dank gilt Herrn Dr. Ristau, der mich eingangs auf den Weg brachte und mir ausgangs den Rücken freihielt.

Allen optikcharakterisierenden Mitarbeitern, allen voran den Herren Dr. Manfred Dieckmann, Dipl.-Phys. Tobias Groß, Dipl.-Phys. Ulrich Bähr und Dipl.-Phys. Henrik Ehlers, danke ich für ihre unerläßlichen Hilfestellungen.

Für die stets fruchtbare Zusammenarbeit danke ich den Mitgliedern der Abteilung Laserkomponenten, sowie allen Kollegen am Laser Zentrum Hannover *einschließlich* derer, die es nie versäumten „das dicke Buch“ anzumahnen.

Den Projektpartnern in Berlin, Göttingen, Mittweida und Stuttgart, sowie allen Teilnehmern an den zahlreichen Round-Robin-Experimenten und Charakterisierungskooperationen möchte ich meinen besonderen Dank ausdrücken.

Für Durchsicht und Nachsicht danke ich Frau Dipl.-Ing. Margit Mönnecke.