

Optimierung der optischen und mechanischen Eigenschaften oxidischer Schichten durch Ausnutzung von Nanoporesität



Olaf Stenzel



Steffen Wilbrandt



Norbert Kaiser

Oxidische Schichtmaterialien sind in der Dünnschichtoptik für Spezifikationen vom nahen infraroten über den visuellen bis in den ultravioletten Spektralbereich weit verbreitet. Während klassische, durch Elektronenstrahlverdampfen aufgebraute Schichten aufgrund ihrer stark porösen Struktur eher geringe Brechzahlen mit merklichem thermischem Shift aufweisen, führt die hohe Verdichtung des Schichtmaterials bei Nutzung (plasma-) ionengestützter Aufdampfverfahren zur fast vollständigen Eliminierung der Porenfraktion, was sich in merklich höheren Brechzahlen sowie faktischer Shiftfreiheit manifestiert. Allerdings ist die so erreichte Shiftfreiheit durch einen handfesten Nachteil erkauft: Durch Stützung hochverdichtete Schichtmaterialien weisen im allgemeinen hohe Druckspannungen auf, was für viele Anwendungen nachteilig ist.

Im AiF-Projekt »nanomorph« (15042 BR) untersuchte das Fraunhofer IOF mit Industriepartnern daher alternative Methoden zur Erzielung von faktischer Shiftfreiheit. Tatsächlich ist dafür die Eliminierung der Porenfraktion nicht zwingend notwendig. Es ist ausreichend, keine offenen Poren in der Schicht zu haben, die sich mit atmosphärischem Wasser füllen können. Sind die Poren stattdessen klein und geschlossen, können sie Druckspannungen eliminieren bzw. sogar Zugspannungen induzieren, ohne durch Wasseraufnahme störende Shifterscheinungen zur Folge zu haben. Eine gezielt in ihren Eigenschaften beeinflusste Porenfraktion kann somit einen applikationsrelevant brauchbaren Kompromiss zwischen optischen und mechanischen Schichteigenschaften bedingen.

Die Aktivitäten des IOF konzentrierten sich demnach auf das Auffinden von Schichtpräparationsstrategien, die in sowohl spannungs- als auch shiftarmen Proben mit immer noch akzeptablen Brechzahlen resultieren. Simulationen des optisch-mechanischen Eigenschaftskomplexes (Abb. 1 links) legen dabei nahe, dass dazu eine gewisse Porosität (kleine, geschlossene Poren) in der Schicht erforderlich ist. Durch Optimierung der APS-gestützten Elektronenstrahlverdampfung konnten Proben mit derartigem Eigenschaftsprofil tatsächlich synthetisiert werden (Abb. 1 rechts). Untersuchungen der Nanostruktur mittels Transmissions-elektronenmikroskopie verifizieren die Annahme einer Porenfraktion in diesen Schichten (Abb. 2).

Es ist mit Blick auf den Gesamtkomplex der Schichteigenschaften nach alldem sinnvoll, nicht unbedingt völlige Porenfreiheit der Schichtmaterialien anzustreben, sondern eine gezielt optimierte Fraktion von Nanoporen in der optischen Schicht zu erhalten.

Das Forschungsvorhaben 15042 BR der Forschungsvereinigung Europäische Forschungsgesellschaft Dünne Schichten e.V. wurde im Programm zur Förderung der ‚Industriellen Gemeinschaftsforschung (IGF)‘ vom Bundesministerium für Wirtschaft und Technologie über die AiF finanziert.

Nanoporous oxide optical coatings with optimized mechanical and optical properties



Oxide coating materials are the typical choice for coatings specified from the near infrared via the visible spectral range up to the ultraviolet. It is well known that coatings deposited by electron beam evaporation are usually porous, which results in low refractive indices with significant thermal shift. Highly densified coatings, as obtained from (plasma) ion assisted deposition techniques, are nearly free of pores, so that they have higher refractive indices, and are almost shift-free. But they have a serious shortcoming:

Due to the high densification, those layers may show significant compressive stress, which may be detrimental in a variety of applications.

In the context of the "nanomorph"-project (sponsored by AiF under reference 15042 BR), Fraunhofer IOF and project partners therefore investigated

alternative methods for thermal shift suppression in optical coatings. As a matter of fact, the coating does not need to be free of pores in this process. It is sufficient to eliminate open pores which can exchange water with the surrounding atmosphere. If the pores are instead small and closed, they can relax the compressive stress as well or even induce tensile stress, but without accompanying thermal shift. Therefore, a tailored pore fraction can be extremely helpful to achieve a reasonable compromise between optical and mechanical layer properties.

In this context, the activities of IOF concentrated on identifying coating deposition strategies, which result in almost shift and stress-free coatings with still acceptable refractive indices. Simulations of the optical and mechanical properties in combination (Fig. 1 on left) suggest the necessity of a

certain porosity (small closed pores) for achieving a proper balance between optical and mechanical parameters. Corresponding samples could be manufactured optimizing deposition conditions for the APS-assisted electron beam evaporation technique (see Fig. 1 on right). Investigations of the nanostructure by transmission electron microscopy verify the predicted nanoporosity of the layers (Fig. 2).

With respect of the full complex of layer properties it seems therefore reasonable to have a certain fraction of nanosized pores in the layer, rather than to aspire completely pore-free layers.

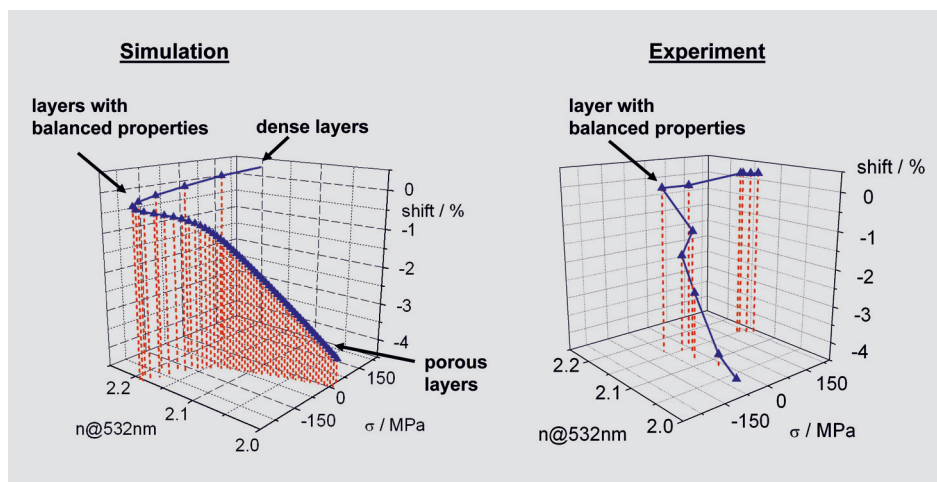


Abb. 1: Links: simulierte Korrelation zwischen Brechzahl n , shift und Spannung σ . Rechts: experimentelle Werte für Tantalpentoxidschichten (APS-Verfahren).

Fig. 1: Left: simulated correlation between refractive index n , shift and stress σ . Right: experimental data for tantalum pentoxide layers (APS-technique).



Abb. 2: TEM-Querschnittsaufnahme der in Abb. 1 rechts markierten Tantalpentoxidprobe. Die Porenfraktion ist gut erkennbar, trotzdem ist die Probe shiftfrei.

Fig. 2: TEM cross sectional image of the tantalum pentoxide sample marked in Fig. 1 on right by the arrow. The pores can be well identified, nevertheless the sample does not show any shift.