

# Aufbau eines Cavity-Ring-Down-Instrumentes zur Charakterisierung von hochreflektierenden dielektrischen Spiegeln

# Masterarbeit

von

**Axel Johannes Haunholter** 

aus München Hochschule München

Fakultät für angewandte Naturwissenschaften und Mechatronik

Studiengang Master Photonik

Betreuer Laser Components: Herr Dr. Lars Mechold Hochschule München: Frau Prof. Dr. Ines Nikolaus

Erstkorrektor: Zweitkorrektor: Frau Prof. Dr. Ines Nikolaus Herr Dr. Gerhard Heise

Beginn: 01.05.2015 Abgabe: 16.10.2015

# Erklärung

Ich versichere, dass ich die vorliegende Arbeit ohne fremde Hilfe und ohne Benutzung anderer als der angegebenen Quellen angefertigt habe und dass die Arbeit in gleicher oder ähnlicher Form noch keiner anderen Prüfungsbehörde vorgelegen hat und von dieser als Teil einer Prüfungsleistung angenommen wurde. Alle Ausführungen, die wörtlich oder sinngemäß übernommen wurden, sind als solche gekennzeichnet.

München, den 16. Oktober 2015

Axel Haunholter

# Inhalt

Erklärung1					
Inh	Inhalt2				
Abs	stract	English	3		
Abs	stract	Deutsch	3		
1	Einle	eitung	3		
2	Phy	sikalische Grundlagen	5		
2	2.1	Dünnschichtsysteme	5		
2	2.2	Ionenstrahlsputtern (IBS)	8		
2	2.3	Verluste	10		
2	2.4	Produktion der Glassubstrate	12		
2	2.5	Optische Resonatoren und höhere Moden	14		
3	Mes	ssverfahren	16		
3	3.1	Weißlichtinterferometer	16		
3	3.2	Spektrometer	20		
3	3.3	Cavity-Ring-Down-Spektroskopie	21		
4	Rea	lisierung eines CRD-Messaufbaus	26		
Z	4.1	Laserquelle	26		
Z	1.2	Platzbedarf und Strahlführung	27		
Z	1.3	Detektor	33		
Z	1.4	Inbetriebnahme des CRD-Instruments	34		
Z	4.5	Datenauswertung	36		
5	Exp	erimentelle Ergebnisse	42		
5	5.1	Produktion und Reflektivitätsmessung von 30 Optiken	42		
5	5.2	Validierung der Referenzspiegel mit externen Messungen	45		
5	5.3	Abhängigkeit der Reflexion von der Substratrauigkeit	46		
6 Z	6 Zusammenfassung und Ausblick				
Lite	Literaturverzeichnis				
Anhang					
Herleitung Austausch-Verfahren55					
Fehlerrechnung					
	Austausch-Verfahren				
Referenz-Verfahren					
	Fehler- und Messunsicherheitsabschätzung der Linearschiene				

# **Abstract English**

The present thesis has the aim to design, install and put into operation a cavity ring-down setup, which allows cost-effective and quick reflectivity measurements for the produced lenses. In a second step, this study will analyse how the substrate roughness affects the production process of the mirrors and the resulting reflectivities.

# **Abstract Deutsch**

Im Rahmen dieser Arbeit wird folglich ein Cavity-Ring-Down-Aufbau entworfen, installiert und in Betrieb genommen, um künftig auch werksintern kostengünstig und zeitnah die produzierten Optiken auf ihre Reflektivität hin untersuchen zu können. Im zweiten Schritt soll die Auswirkung der Substratrauigkeit auf den Herstellungsprozess der Spiegel und deren resultierende Reflektivitäten untersucht werden.

# 1 Einleitung

Hochreflektierende (HR) Optiken sind wichtige Komponenten in verschiedenen technischen Instrumenten. Ein Einsatzgebiet sind beispielsweise die Resonatorspiegel von Festkörperlasern. Bei Spiegeln eines Laserresonators lässt sich über deren Reflektivität die Spitzenleistung erhöhen, die ein Lasersystem maximal emittieren kann [2] [3]. In Interferometern wiederum fungieren hochreflektierende Spiegel zur Abstands- und Brechungsindexmessung sowie zur Bestimmung von Rauigkeiten an Oberflächen. Dabei kann über die Reflektivität die Genauigkeit bzw. die Auflösung beeinflusst werden. Resonatorspiegel, die eine hohe Reflektivität aufweisen, werden darüber hinaus zur Detektion von Spurengasen genutzt. Durch den Resonator vergrößert sich dabei der zu messende Weg auf mehrere Kilometer. So werden empfindliche Messungen ermöglicht und bereits geringe Konzentrationen können detektiert werden [4]. Mittels Atemluft- und Blutanalysen können so z.B. Aussagen über Leber- und Krebserkrankungen getroffen werden. Reflektoren eines Ringlasers bzw. Gyroskopes dienen zur Navigation bei Flugzeugen und auch hier werden über die Reflektivität der Spiegel die Laufwege des Lichts erhöht und somit die Messgenauigkeit gesteigert. Eine weitere Anwendung von hochreflektierenden Optiken lässt sich schließlich bei Weltraumteleskopen finden, sodass die Bandbreite der Einsatzmöglichkeiten als durchaus vielseitig beschrieben werden kann.

Reflektivitäten größer als 99,9 % lassen sich über periodisch abwechselnd hoch- und niederbrechende Materialien erzielen. Diese Optiken werden im Ergebnis als *hochreflektierend* bezeichnet. Die Schichtdicke liegt dabei in der Größenordnung der Wellenlänge. Bereits bestehende Optikdesignprogramme bieten die Möglichkeit, die Abfolge von Dünnschichtsystemen auf Transmission und Absorption unter verschiedenen Einfallswinkeln und Polarisationszuständen des Lichts theoretisch zu berechnen. Üblicherweise werden dazu die dünnen Schichten auf Glassubstraten abgeschieden, die je nach Herstellungsverfahren eine Rauigkeit im Bereich von 6 Å bis 0,7 Å aufweisen. Die Verluste an den Optiken werden durch Absorption, Transmission und diffuse Streuung an der Oberfläche hervorgerufen.

Für einen Nd:YAG Laser (Festkörperlaser) werden nun Resonatorspiegel mit einer Zentralwellenlänge von 1064 nm bei einem Einfallswinkel des Lichts unter 0° benötigt. Derzeit konnte der Herstellungsprozess bei Laser Components (LC) mit einem Schichtdesign für eine Wellenlänge von 1064 nm nicht verifiziert werden. Eine übliche Methode zur Messung der Transmission und Reflexion ist hier die Spektralphotometrie, jedoch liefert diese Messmethode nur eine Genauigkeit der Reflektivität von R = 0,1 % [5]. Für weitere Untersuchungen wird daher ein Fehler von kleiner als  $\pm$  0,01 % angestrebt, damit die Spiegel auf ihre Reflektivität hin beurteilt werden können. Das Cavity-Ring-Down-Verfahren ist ein weiteres Messverfahren, das zur Bestimmung der Reflektivität von Schichtsystemen ausgelegt ist. Forschergruppen konnten damit bereits Genauigkeiten von  $\pm$  0,00003 % erreichen [1]. Derzeit werden diese Messungen jedoch noch immer an Fremdfirmen übergeben, wodurch die Verfahren kosten- und zeitintensiv sind. So liegt der Preis einer Messung bei 40 €/Stück und die Spiegel müssen an das "Laser Zentrum Hannover (LZH)" versendet werden, wodurch zusätzlich die Gefahr der Materialbeschädigung auftritt.

Im Rahmen dieser Arbeit wird folglich ein Cavity-Ring-Down-Aufbau entworfen, installiert und in Betrieb genommen, um künftig auch werksintern kostengünstig und zeitnah die produzierten Optiken auf ihre Reflektivität hin untersuchen zu können. Im zweiten Schritt soll die Auswirkung der Substratrauigkeit auf den Herstellungsprozess der Spiegel und deren resultierende Reflektivitäten untersucht werden.

# 2 Physikalische Grundlagen

# 2.1 Dünnschichtsysteme

Schichtsysteme müssen verschiedene Anforderungen erfüllen: Sie sollen mechanisch hart und unempfindlich gegenüber Umwelteinflüssen wie Temperatur und Luftfeuchtigkeit sein. Um solche Schichten herzustellen, reicht es nicht, Einschichtsysteme aus Metallen zu verwenden. Beispielweise besitzt Aluminium über einen weiten Wellenlängenbereich von 200 nm bis 1200 nm eine Reflektivität von 90 % [6], jedoch ist dies nicht ausreichend für den Einsatz für hochreflektive Anwendungen. Eine Lösung für höhere Reflektivitäten bieten daher Mehrschichtsysteme aus dielektrischen Schichten [7] [8].

Bei  $\lambda/2$ - und  $\lambda/4$ -Schichten wird die physikalische Schichtdicke so eingestellt, das die optische Dicke  $D = n \cdot d$  gerade gleich oder ein Vielfaches von  $\lambda/2$  beziehungsweise von einem ungeradzahligen Vielfachen von  $\lambda/4$  ist. Hierbei beschreibt n den Brechungsindex der dielektrischen Schicht und d die physikalische Dicke des Films.  $\lambda/2$ -Schichten werden auf empfindliche Gläser, metallische oder dielektrische Schichten gedampft und wirken als Schutzschicht, da sie das Reflexionsvermögen für eine Wellenlänge nicht beeinflussen. Im Grundprinzip wird das gewünschte spektrale Verhalten durch Interferenz des an den einzelnen Schichten reflektierten Lichts erzeugt. Bei jedem Materialwechsel von hochbrechendem auf niederbrechendes Material entsteht ein Rückreflex. Je nach Einfallswinkel, Wellenlänge und Zweck der Optik werden die Materialien und Schichtdicken entsprechend gewählt.



Abbildung 1: Aufbau eines Mehrschichtsystems mit abwechselnd niedrigbrechenden (n=n<sub>L</sub>) und hochbrechenden (n=n<sub>H</sub>) Schichten auf einem Substrat (n=n<sub>Substrat</sub>).

Mit einer einfachen  $\lambda/4$ -Schicht lassen sich bereits Reflektivitäten von bis zu R = 90 % erzielen. Um jedoch höhere Ergebnisse zu erreichen, wird ein Mehrschichtsystem benötigt. Bei einem einfachen

Mehrschichtsystem werden abwechselnd hochbrechende-  $(n = n_H)$  und niederbrechende  $(n = n_L)$  $\lambda/4$  Filme in periodischer Reihenfolge auf das Glassubstrat abgeschieden. Diese Abfolge wird auch als  $(HL)^N$  System bezeichnet. Die Darstellung eines sechsschichtigen Systems auf einem Glassubstrat ist in Abbildung 1 einzusehen. Für  $\lambda/4$ -Schichten mit einem Einfallswinkel von 0° steht  $N \in \mathbb{N}$  und für die Wiederholung der beiden Schichtabfolgen. Der Brechungsindex des Glassubstrats wird mit  $(n = n_{Substrat})$  bezeichnet. Das umgebende Medium des Systems wird mit  $(n = n_1)$  beschrieben.  $\lambda/2$ -Schichten (oder geradzahlige Vielfache von  $\lambda/4$ ) erzeugen denselben Reflexionsgrad, der auch unbeschichtetem Glas eignet, sie haben also keinen Einfluss im Sinne einer Reflektivitätssteigerung oder Antireflexionsbeschichtung [9]. Meist werden  $\lambda/2$ -Schichten daher nur als abschließende Schutzschicht für den Schichtstapel verwendet.

Für die Spezialfälle können folgende Gleichungen angegeben werden [10]:

#### System:

Reflektivität

Niedrigbrechend- hochbrechendes-System

$$(LH)^{N} R = \left[\frac{n_{1} - \left(\frac{n_{L}}{N_{H}}\right)^{2N} \cdot \mathbf{n}_{Sub}}{n_{1} + \left(\frac{n_{L}}{N_{H}}\right)^{2N} \cdot \mathbf{n}_{Sub}}\right]^{2} (1)$$

Hochbrechend- niedrigbrechendes-System:

$$(HL)^{N} R = \left[\frac{n_{1} - \left(\frac{n_{H}}{N_{L}}\right)^{2N} \cdot n_{Sub}}{n_{1} + \left(\frac{n_{H}}{N_{L}}\right)^{2N} \cdot n_{Sub}}\right]^{2} (2)$$

Hochbrechendes dann niedrigbrechend-hochbrechendes-System:

$$H(LH)^{N} R = \left[\frac{n_{1} \cdot n_{Sub} - \left(\frac{n_{H}}{N_{L}}\right)^{2N+2}}{n_{1} \cdot n_{Sub} + \left(\frac{n_{H}}{N_{L}}\right)^{2N+2}}\right]^{2} (3)$$

Für die Berechnung der Schichtstapel bei verschiedenen Einfallswinkeln hat sich die Fresnel-Gleichung in einem Matrizenformalismus bewährt. Für große Stapelfolgen werden dabei Computeralgorithmen verwendet, um die Reflektivitäts- und Transmissionskurven zu berechnen [11].

Jedes optische Material besitzt eine für die Wellenlänge  $\lambda$  spezifische Brechzahl  $n(\lambda)$ . Der Brechungszahlverlauf wird meist experimentell bestimmt und mit der Dispersionsformel von Sellmeier angegeben. Diese Gleichung ist auch in der folgenden Form bekannt [12]:

$$n^{2}(\lambda) - 1 = \frac{B_{1}\lambda^{2}}{\lambda^{2} - C_{1}} + \frac{B_{2}\lambda^{2}}{\lambda^{2} - C_{2}} + \frac{B_{3}\lambda^{2}}{\lambda^{2} - C_{3}}$$
(4),

wobei  $B_1$ ,  $B_2$ ,  $B_3$  und  $C_1$ ,  $C_2$ ,  $C_3$ , die sogenannten Sellmeier-Koeffizienten sind und  $\lambda$  die Wellenlänge bezeichnet, die in  $\mu$ m angeben wird. Durch die Abhängigkeit der Brechzahl von der Wellenlänge können die  $\lambda/4$ -Schichten nur für bestimmte Wellenlängenbereiche hochreflektierend ausgelegt werden. In Abbildung 2 ist zu erkennen, dass bei einem Schichtdesign mit 32 Schichten der hochreflektierende Bereich circa zwischen 900 nm und 1200 nm verläuft. An diesen Grenzen fällt die Reflektivität abrupt ab. Somit kann kein hochreflektierender Spiegel von R > 99,99 % produziert werden, der sich über einen weiten Wellenbereich (d.h. vom ultravioletten bis hin zum infraroten Wellenbereich) erstreckt.



Reflektivitätskurven über die Wellenlänge

Abbildung 2: Reflektivität R für wechselnde  $\lambda/4$  Schichten aus dem hochbrechenden Material Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> ( $n_{H}$ =2,17) und dem niedrigbrechenden Material SiO<sub>2</sub> ( $n_{L}$ =1,5). Die Anzahl der Schichten wird als Parameter der Kurven angezeigt. Die Schichten wurden auf einem transparenten Substrat simuliert mit einem Einfallswinkel von 0°. Es ist zu erkennen: Je mehr periodische Schichten, desto besser die Reflektivität.

Ein Mehrschichtsystem kann durch einen Matrixformalismus beschrieben werden. Optikdesignprogramme bieten die Möglichkeit, das spektrale Verhalten verschiedener Polarisationszustände des Lichts zu berechnen. In Abbildung 2 sind unterschiedliche Schichtsysteme von  $\lambda/4$ -Schichten mit drei bis hin zu 32 Schichten aufgetragen. Dabei besteht das hochbrechende Material aus Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> und das niedrigbrechende Material aus SiO<sub>2</sub>. Die Schichten sind so gewählt, dass reflektiertes Licht konstruktiv überlagert wird. Bei vielen Schichten reglementieren so die Schichtspannung und ein damit verbundenes Abplatzen der Schicht den Abscheideprozess. Bei zu hohen Schichtspannungen platzen die Schichten ab und werden zerstört. Zum anderen absorbieren die Schichten selbst Anteile des Lichts. Daher müssen hier Kosten und Nutzen der Anzahl der produzierten Schichten abgewogen werden. Die Anwendung von Mehrschichtsystemen ist jedoch nicht auf Antireflexbeschichtungen und hochreflektierende Beschichtungen limitiert. Es lassen sich damit auch weitere optische Bauteile realisieren wie: Strahlteiler, Polarisatoren, Auskoppler, Gaußspiegel, Hochpass- und Tiefpassspiegel sowie zahlreiche andere Optiken [11].

### **2.2 Ionenstrahlsputtern (IBS)**

Das IBS ist im Stande, qualitativ sehr hochwertige Filme zu erzeugen. Dabei ist die Aufdampfrate relativ gering. Die Rate liegt je nach Material bei 0,1 bis 0,2 nm/s. Das Verfahren hat sich als zuverlässig und stabil herausgestellt. Für die Beschichtungen wird dabei das Verfahren über die Ionengeschwindigkeit, den Gasdruck im Rezipienten, den Druck des Sauerstoffes und einen Zeitabstand ohne Schichtwachstum kontrolliert. Kein Schichtwachstum wird über ein Shutter realisiert, der den Materialstrahl blockiert. Mit der Hilfe des IBS-Herstellungsverfahrens konnten Forschergruppen bereits Spiegel mit geringen Verlusten im Bereich von 1 ppm oder weniger, also mit einer Reflektivität von R > 99,99 %, realisieren [13]. Die Temperatur des Substrates liegt bei etwa 50 °C, um eine gute Schichthaftung zu erzielen. Der produzierte Film ist dicht gepackt, da mit hoher Energie beschichtet wird [14] [15].



Abbildung 3: Ionenstrahlsputteranlage 1) Ionenquelle. 2) Neutralisator. 3) Materialhalter mit zwei unterschiedlichen Materialien. Zum einen ein niedrigbrechendes und ein hochbrechendes Material. 4) Shutter, um den Materialstrahl zu blockieren. 5) Optikhalter, der mit 1" Optiken bestückt ist. 6) Assistquelle.

In der Ionenquelle (siehe Abbildung 3, Punkt 1) werden Xenon-Ionen erzeugt und in Richtung des Materialhalters (in Abbildung 3: Punkt 3) beschleunigt. Auf dem Materialhalter befinden sich zwei Materialien, ein hochbrechendes und ein niedrigbrechendes Material, die abwechselnd mit dem Ionenstrahl beschossen werden. Trifft der Ionenstrahl auf das Festkörpermaterial, wird durch elastische und unelastische Stöße die Energie der geladenen Teilchen absorbiert. Durch diese Stoß-Kaskade verlangsamen sich die Ionen. Bei genügend großer Energie bzw. starken Stößen wird ein Zwischengitteratom aus dem Gefüge gelöst und in Richtung des Optikhalters (siehe Abbildung 3, Punkt 5) beschleunigt. Durch eine zusätzliche O<sub>2</sub>-Quelle werden die Targetteilchen oxidiert, sodass z.B. aus Si  $\rightarrow$  SiO<sub>2</sub> wird. Die Glassubstrate, auf denen das Mehrschichtsystem abgeschieden wird, sind während der Beschichtung an der Decke des Rezipienten angebracht (siehe Abbildung 3, Punkt 5). Der Substrathalter rotiert währende der Beschichtung, um eine gleichmäßige Verteilung des Beschichtungsmaterials über den Radius zu erzielen. Das IBS-Verfahren findet in einer Kammer im Hochvakuum statt bei einem Druck von  $4.3 \cdot 10^{-4}$  mbar. Die Sputterkeule wird dabei als der Materialstrahl beschrieben, der auf die Optiken abgeschieden wird. Ein sogenannter Neutralisator (siehe Abbildung 3, Punkt 2) neutralisiert durch Elektronen die Ionen, die sich in der Sputterkeule Richtung Substrathalter bewegen, um eine Coulomb-Abstoßung der Ionen untereinander bzw. mit anderen Teilekomponenten zu vermeiden.

Die zugehörige in-situ-Messung der Schichtdicken erfolgt mittels Breitbandmonitor (BBM). Der BBM misst die Transmission durch das sog. BBM-Testglas. Aus der Änderung der Transmission und den Brechungsindizes/Sellmeier-Koeffizienten kann dann die aktuelle Schichtdicke bestimmt werden. Aus den Messdaten wird die Schichtdicke, Aufdampfrate und der Abschaltzeitpunkt errechnet, bis die aktuelle Schichtdicke mit der im Design vorgegebenen übereinstimmt. Diese Prozesskontrolle ermöglicht es, die gewünschten Schichtdicken abzuscheiden. Bei dem verwendeten Messsystem handelt es sich um eine spektralphotometrische Messanordnung in einem Spektralbereich von 400 -1000 nm. Dabei wird Licht einer Halogenlampe über eine Faseroptik zum Ort der Messung geleitet, wo das Licht ausgekoppelt und auf einen definierten Radius des Substrattellers kollimiert wird. Die von dem BBM-Testglas transmittierte Strahlung wird in eine Faser eingekoppelt und zu einem Array welches die spektrale Intensitätsverteilung detektiert. Um eine kalibrierte geleitet, Transmissionsmessung zu ermöglichen, besteht ein Messzyklus aus drei Einzelmessungen. Diese umfassen die eigentliche Messung am Testglas, eine 100%-Messung an einer freien Stelle des Substrattellers sowie die 0-%-Messung an einer undurchsichtigen Position des Substrathalters. Aus den gemessenen Spektren wird die verbleibende Beschichtungszeit bis zum Erreichen der Zielschichtdicke der aktuellen Schicht berechnet.

### 2.3 Verluste

Grundsätzlich wird ein einfallender Strahl mit der Reflexion *R*, der Transmission *T*, der Absorption *A* im Material und der Streuung *S* beschrieben. Abbildung 4 verdeutlicht den Zusammenhang zwischen den verschiedenen Aufteilungsmechanismen.



Abbildung 4: Schema eines einfallenden Strahls auf einen Mehrschichtspiegel und seine Aufteilung in Reflexion *R*, Absorption *A*, Transmission *T*, und Streuung *S*.

Die Aufteilung des Strahles lässt sich durch folgende Gleichung beschreiben:

$$1 = S + A + R + T \tag{5}$$

Bei einem hochreflektierenden Spiegel soll die Reflexion maximal sein, jedoch kann sie theoretisch niemals die Größe 1 erreichen, da immer Verluste auftreten [16]. Bei einem Spiegel der hin zur Reflexion optimiert ist, werden Verluste über die Transmission, die Absorption und die Streuung hervorgerufen. Wenn eine Strahlung eine Materie durchdringt, wird diese in andere Energieformen umgewandelt. Die Absorption kann bei dünnen Schichten mit dem Lambert-Beer-Gouguer-Gesetz beschrieben werden. Sie ist stoffspezifisch und wellenlängenabhängig [17]. Das Glassubstrat und die Beschichtungsmaterialien von Hochreflexionsoptiken müssen in dem verwendeten Wellenlängenbereich eine geringe Absorption aufweisen. Bei geringen ,Wellenlängen kann die Absorption sehr hoch sein, dies ist jedoch Materialspezifisch. Weitere Fälle bei denen Absorption auftreten kann sind, keine ausreichende Oxidation der Metalle, bzw. die Schichten selbst absorbieren. Die Transmission wird primär über das Schichtdesign und die beiden hoch- und niederbrechenden Materialien bestimmt. Ursachen der Streuung sind kleine Teilchen, geringe Brechzahlschwankungen oder die Molekularbewegung im Material. Bei der Volumenstreuung kleiner Teilchen müssen verschiedene Fälle unterschieden werden, die vom Durchmesser der Streuzentren D und der Wellenlänge  $\lambda$  abhängen [18].

- Der Fall  $D \ll \lambda$  ist als Rayleigh-Streuung bekannt.
- Der Fall  $D \approx \lambda$  wird als Mie-Streuung bezeichnet.
- Im Fall  $D \gg \lambda$  wird von geometrischer Streuung gesprochen.

Über die Mikrorauigkeit einer gut polierten Glasoberfläche entsteht eine Oberflächenstreuung. Diese Streuung ist nicht gerichtet und strahlt in den gesamten Halbraum. Diese diffuse Streuung wird als integrierte Streustrahlung TIS ("Total Integrated Scattering") bezeichnet. Sie wird als der Quotient von diffus reflektierter Strahlung zu insgesamt (diffus und gerichtet) reflektierter Strahlung definiert und kann mit folgender Gleichung angegeben werden [19]:

$$TIS = 1 - e^{\left(\frac{4 \cdot \pi \cdot \cos(\theta_i) \cdot \sigma_{RMS}}{\lambda}\right)^2}$$
(6)

Die TIS ist dabei abhängig vom Einfallswinkel  $\theta_i$ , dem quadratischen Mittelwert der Mikrorauigkeit  $\sigma_{RMS}$  und der verwendeten Wellenlänge  $\lambda$ . Die erreichbaren Rauigkeiten hängen stark vom Werkstoff und dem Fertigungsverfahren ab. Die Problematik bei der Fertigung von optischen Oberflächen liegt folglich darin, dass bei der Politur der Krümmungsradius in den vorgeschriebenen Toleranzen eingehalten werden muss. Asphärische Flächen dürfen durch die Politur ihre vorgefräste Kurvenform nicht verändern. Ein maßgeblicher Faktor, für die Substratrauigkeit, ist die Korngröße und die Beschaffenheit des Poliermittels.



Theoretische Streuung für verschiedene Wellenlängen

Abbildung 5: Oberflächenstreuverluste abhängig von der Rauigkeit auf den Substraten. Dabei ist zu erkennen, dass die Rauigkeit hin zu kürzeren Wellenlängen einen immer größeren Einfluss besitzt.

Abbildung 5 verdeutlicht den Verlauf der integrierten Streustrahlung über die Rauigkeit für drei verschiedene Wellenlängen. Hierbei ist zu erkennen, dass die Streuverluste umso größer sind, je kürzer die Wellenlängen und je rauer die Oberfläche sind.

Um die Rauigkeit reproduzierbar zu beschreiben, wird die Oberfläche über den quadratischen Mittelwert der Mikrorauigkeit  $\sigma_{RMS}$  angegeben. Wenn eine elektrische Welle im Idealfall auf eine homogene sinusförmige Oberfläche trifft, wirkt diese als Beugungsgitter für die einfallende Welle. Daher sollte die Rauigkeit möglichst gering gehalten werden. Der quadratische Mittelwert ist definiert mit [20]:

$$\sigma_{RMS}^2 = \sum_{l} |h_l|^2 \tag{7}$$

Ein eindimensionales Höhenprofil ist definiert mit einer finiten Fourier-Reihe:

$$h(x) = \sum_{l=-N}^{N} h_l \cdot e^{\frac{2i\pi lx}{\Lambda_0}}$$
(8)

Dabei ist x die Koordinate des Schnittprofils und  $\Lambda_0$  ist die maximale Profillänge, die bei der Oberfläche auftritt.  $h_l$  beschreibt die Intensität der entsprechenden räumlichen harmonischen Schwingung. In Abhängigkeit vom Messverfahren werden eindimensionale Höhenprofile, zweidimensionale Höhenprofile oder eine Power-Spectral-Density (PSD) Funktion verwendet. In dieser Arbeit wird ausschließlich mit dem quadratischen Mittelwert der Mikrorauigkeit gearbeitet.

Es wurden bereits Algorithmen und Theorien entwickelt, mit denen die Auswirkung der Rauigkeit auf eine einzelne Schicht und ein Mehrschichtsystem bis hin zu kleinen Wellenlängen untersucht werden kann [20] [21]. Bei der Bestimmung der Rauigkeiten können die Ergebnisse der verschiedenen Messverfahren jedoch stark variieren. Die meisten Rauigkeitsmessgeräte sind dabei durch ihre Bandbreiten begrenzt [22].

#### 2.4 Produktion der Glassubstrate

Das Glasrohmaterial wird in Glasstäben verschiedener Durchmesser geliefert. Typische Durchmesser sind 1"(=2,54 mm) oder 2". In einem ersten Schritt wird mithilfe einer Säge der Glasstab zerteilt. Über den Schleifprozess mit verschiedenen Werkzeugen erhält das Substrat seine erste Form. Hierbei können die Substrate in plan-paralleler, bikonvexer, plankonkaver Form und allen weiteren Formen einer Sphäre mit verschiedenen Radien produziert werden. Nach dem Schleifprozess ist die Oberfläche milchig und trübe und es können Poren mit niedriger Vergrößerung auf dem Substrat erkannt werden. Nach Einwirkung von zwei Polierprozessen erscheint die Oberfläche transparent und nach dem Feinpolieren werden Rauigkeiten von durchschnittlich  $\sigma_{RMS} = 2,5 - 3$  Å gemessen. Abbildung 6 verdeutlicht den Herstellungsprozess für die Beschichtung mit seinen verschiedenen Produktionsschritten vom Glasrohling hin zum Substrat. Die erzielbare Rauigkeit ist dabei durch die Körnung des Poliermittels limitiert. Aus diesem Grund werden zwei Polierprozesse realisiert. Die erste Polierung wird mit einem gröberen Poliermittel durchgeführt, das eine Rauigkeit von  $\sigma_{RMS} = 5$  Å aufweist. So kann relativ schnell die Passe der Optik erreicht werden. Passe beschreibt, dabei die Abweichung der gewünschten optischen Fläche des Substrats. Über das grobe Poliermittel wird die Oberfläche des Substrates hergestellt, mit der demensprechenden Passe. Dieser Zustand weißt noch Schlieren und Streifen auf der Oberfläche auf. Beim Feinpolieren werden die Schlieren dann beseitigt und eine brauchbare Rauigkeit von  $\sigma_{RMS} = 2,5 - 3$  Å erreicht.



Abbildung 6: Herstellungsprozess von Substraten aus mineralischen Gläsern. 1) Urform als Glaszylinder 2) Zerteilen/Zurichten mit Diamantsägeblatt 3) Schleifen mit hoher Rauigkeit, um die gewünschte Oberfläche zu erzeugen 4) Polieren mit Erreichen von geringer Rauigkeit und anschließendem Feinpolieren

Nach dem Herstellungsprozess der Substrate für die Beschichtung werden alle Gläser gründlich in einer Reinigungsanlage von Rückständen befreit. Die Kombination von Ultraschallreinigung sowie fett- und wasserlösenden Chemikalien bietet eine gute Grundlage für den Beschichtungsprozess. Denn die Sauberkeit der Substrate ist eine Grundbedingung, da jeder Fremdpartikel auf der Oberfläche vor der Beschichtung zu Streustrahlung führt. In Abbildung 7 ist unter 1) die Reinigungsanlage zu erkennen, die mit den verschiedenen Becken und unterschiedlichen Säuberungsanlagen ausgestattet ist. Abbildung 7 2) illustriert den Substrathalter, der die 1" Optiken sicher und unter maximalem Spülkontakt durch die Anlage transportiert.



Abbildung 7: 1) Automatisierte Reinigungsanlage mit verschiedenen Reinigungsbecken. 2) Bestückter Substrathalter mit 1" Optiken für die Reinigungsanlage.

#### 2.5 Optische Resonatoren und höhere Moden

In einem Resonator bilden sich stehende Wellen aus, die eine bestimmte räumliche Verteilung der elektrischen Feldstärke besitzen. Diese Wellen werden Schwingungsformen oder Moden des optischen Resonators genannt. Generell können Resonatoren in Planspiegelresonatoren und in Hohlspiegelresonatoren aufgeteilt werden. Der klassische Fabry-Perot-Resonator besteht aus zwei planparallelen Spiegeln und weist axiale Moden auf. Die Resonatorlänge L ist ein ganzzahliges Vielfaches der halben Wellenlänge  $\lambda_q/2$  [23]:

$$L = q \cdot \frac{\lambda}{2} \quad , f \ddot{\mathrm{u}} r \ q = 1, 2, 3, \dots$$
<sup>(9)</sup>

Hierbei ist  $\Delta f$  der Frequenzabstand zweier axialer Moden und c die Lichtgeschwindigkeit. q beschreibt ein Vielfaches der auftretenden Wellenlängen und Frequenz des Resonators. CRD-Instrumente werden gerne zur Detektion von Spurengasen eingesetzt, dies wird auch als Absorptionsspektroskopie bezeichnet. Bei der Absorptionsspektroskopie von Gasen ist darauf zu achten, dass die erforderlichen Wellenlängen der Energieabstände getroffen werden. Unter Energieabständen versteht man die Absorptionslinien des zu untersuchenden Gases, welche sich, abhängig vom Molekül, aus den verschiedenen Schwingungszuständen zusammensetzen [24].

Bei Hohlspiegelresonatoren können transversale Schwingungen auftreten. Diese sind weitere Lösungen der Wellengleichung. Die  $TEM_{00} - Mode$  beschreibt den Gaußstrahl, der die meiste Energie mit sich führt. Höhere transversale Moden sind im Resonator unerwünscht, da sie weniger Leistung besitzen und meist instabil sind. Durch eine geeignete Wahl des Resonators und der Fresnel-Zahl  $F_N$ , die mit [25]:

$$F_N = \frac{a^2}{L \cdot \lambda} \tag{11}$$

definiert ist, können transversale Moden jedoch unterdrückt werden. Dabei beschreibt eine hohe Fresnel-Zahl in einem offenen Resonator geringe Verluste. Aus Gleichung (11) ist zu erkennen, dass durch die Reduzierung des sphärischen Spiegelradius *a* oder durch Vergrößerung der Resonatorlänge *L* die Fresnel-Zahl jedoch beeinflusst werden kann. Dabei werden die Beugungsverluste für höhere TEM<sub>m,n</sub>-Moden so groß gemacht, dass die Schwelle zur Oszillation nicht erreicht wird.

Auch eine Modenblende kann in den Resonator eingesetzt werden, um das Anschwingen der transversalen Moden zu unterdrücken. Bei einem Cavity-Ring-Down-Aufbau lassen sich longitudinale Moden nicht vermeiden, da dies nur unter Verlusten des elektrischen Feldes im Inneren des Resonators realisierbar wäre. Da mit einem CRD-Instrument die Reflektivität der Spiegel gemessen wird, würde also das künstliche Einbringen von Verlusten dazu führen, dass die Reflektivität nicht bestimmt werden kann. Somit sind longitudinale Moden innerhalb des Resonators unvermeidbar. Bei einem einfachen experimentellen Aufbau wird der Laserpuls ohne Modenanpassung in den nicht-konfokalen Resonator geschickt. Dabei werden nicht nur longitudinale, sondern auch transversale Moden angeregt. Der Vorteil hierbei ist, dass der Resonator unkritisch für die Justierung ist. Der

Nachteil ist jedoch eine geringere Empfindlichkeit, weil durch die Mittelung über die Modenstruktur die mittlere Güte kleiner wird, als bei der Anwendung, wenn nur einer fundamentalen Mode auftritt. Ein alternatives Vorgehen besteht darin, zwei Linsen zu verwenden, die genau die Phasenfronten des Eingangspulses so in den Resonator abbilden, dass sich exakt eine fundamentale Mode  $TEM_{00q}$  ausbildet [26].

#### Stabilitätskriterium des Resonators

Für einen Lichtstrahl können wir aus der linearen Optik über die ABCD-Matrix eine Beziehung aufstellen, die wie folgt lautet [27]:

$$M = \begin{bmatrix} 1 & L \\ 0 & 1 \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} 1 & 0 \\ 2/r_1 & 1 \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} 1 & L \\ 0 & 1 \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} 1 & 0 \\ 2/r_2 & 1 \end{bmatrix}$$
(12)

Hierbei sind  $r_1$  und  $r_2$  die Krümmungsradien und L beschreibt den Abstand der beiden Spiegel. Durch die Matrizenmultiplikation ergibt sich aus Gleichung 12 für einen Resonatorumlauf:

$$M = \begin{bmatrix} \left(1 + \frac{2L}{r_1}\right) \cdot \left(1 + \frac{2L}{r_2}\right) + \frac{2L}{r_2} & L\left(2 + \frac{2L}{r_1}\right) \\ \frac{2\left(1 + \frac{2L}{r_2}\right)}{r_1} + \frac{2}{r_2} & \frac{2L}{r_1} + 1 \end{bmatrix}$$
(13)

Über die Definition der g-Parameter:

$$g_1 = 1 - \frac{L}{r_1}$$
 and  $g_2 = 1 - \frac{L}{r_2}$  (14)

Wenn für die Matrix aus Formel 13 angenommen wird, dass sich der Strahl an derselben Stelle wiederholen soll, an der er in den Resonator eingekoppelt wurde, erhalten wir die Stabilitätsbedingung für einen Resonator [28]:

$$0 \le g_1 \cdot g_2 \le 1 \tag{15}$$

$$g_2 \le \frac{1}{g_1} \tag{16}$$

Hierbei beschreibt die Ungleichung 16 Hyperbeläste, die im Stabilitätsdiagramm in Abbildung 8 veranschaulicht werden. In einem instabilen Resonator verlässt der Strahl nach wenigen Umläufen die Spiegel. Daher sollte für jede Art der Spiegelanordnung das Stabilitätskriterium erfüllt sein. Mit eingesetzten g-Parametern erhalten wir folgende Gleichung:

$$0 \le \left(1 - \frac{L}{r_1}\right) \cdot \left(1 - \frac{L}{r_2}\right) \le 1 \tag{17}$$

Dabei sind  $r_1$  und  $r_2$  die jeweiligen Krümmungsradien der verwendeten Spiegel. Bei einem Planspiegel wird  $r = \infty$  und der g-Parameter zu 1.

#### Stabilitätsdigramm für Resonatoren



Abbildung 8: Stabilitätsdiagramm für Resonatoren: 1) plan-plan Resonator, 2) hemisphärischer Resonator, 3) konfokaler Resonator und 4) konzentrischer Resonator. Ermittelt aus Gleichung 16.

Ein plan-plan Resonator besitzt den Nachteil, dass kleine Verkippungen der Spiegel zueinander zu keinem stabilen Resonator führen, da der Strahl für mehrere Umläufe den Resonator nicht verlassen darf.

# 3 Messverfahren

### 3.1 Weißlichtinterferometer

Eine Vielzahl an Verfahren zur Rauigkeitsmessung von Oberflächen ist bekannt. Die häufigsten sind das Rasterkraftmikroskop, das taktile Profilometer, das Weißlichtinterferometer und das Laserrastermikroskop. Ein berührungsloses und gut ausgereiftes Oberflächenmessgerät ist das Weißlichtinterferometer. Derzeit steht bei der Firma Laser Components ein Weißlichtinterferometer mit der Beschreibung "NewView 7100" des Herstellers Zygo zur Verfügung (siehe Abbildung 9 1).



Abbildung 9: 1) Weißlichtinterferometer der Firma Zygo. 2) Zu vermessendes Substrat mit einer fünfzigfach vergrößerten Optik unter dem Weißlichtinterferometer.

Durch den Nutzen von breitbandigem Licht wird eine Interferenz erzeugt. Dieses Verfahren wird auch als Weißlichtinterferometrie bezeichnet. Der bestechende Vorteil bei dieser Methode liegt darin, dass Weißlicht eine kürzere Kohärenzlänge aufweist als beispielsweis Laserlicht. Der Lichtstrahl wird dann in zwei Wegen mittels eines Strahlteilers aufgeteilt. Einer der Strahlen wird an dem Referenzspiegel und der andere an der zu vermessenden Probe reflektiert. Anschließend überlagern sich beide Strahlen auf dem Rückweg. Dadurch wird ein Interferenzbild erzeugt, das von einer Kamera erfasst wird. Diese Interferenzen treten dabei auf, wenn die Kohärenzlänge kleiner als die Längendifferenz zwischen Referenzspiegel und Probenfläche ist. In Abbildung 10 werden die Komponenten und die Messung kurz verdeutlicht.



Abbildung 10: Funktionsprinzip eines Weißlichtinterferometers nach Michelson.

Die Lichtquellen bilden dabei Weißlicht-LEDs, die eine relativ kurze Kohärenzlänge besitzen. So wird kein Interferogramm über die ganze Fläche erzeugt, sondern nur in einer Position. Das Objektiv wird

mit einem Piezo-Scanner in der Höhe verfahren. Die Scanlänge ist variabel. Der Interferenzfokus wandert dabei vertikal über die Oberfläche und die Intensitäten des Kamerapixels werden aufgezeichnet. Beide Lichtstrahlenwege sind hierbei auf den CCD-Chip der Kamera fokussiert. Bei positiver Interferenz werden Signale detektiert. Mit diesem Verfahren kann so das Höhenprofil des Substrates aufgenommen werden. Da die Auswertung für jeden Punkt mit hoher Auflösung und rasterweise erfolgt, können so alle Stufen und Absätze gemessen werden. Wichtig für die Auswertung ist jedoch das genaue Protokollieren des vertikalen Verfahrens. Mithilfe der Phasenlage der Interferenzerscheinungen kann zudem die Genauigkeit gesteigert werden. Somit erreicht man vertikale Messunsicherheiten in der Größe von wenigen nm bei glatten Oberflächen [12]. In Abbildung 9 1) ist das verwendete Weißlichtinterferometer dargestellt. Der gesamte Aufbau befindet sich auf einem durch Druckluft schwingungsgedämpften Tisch, da kleine Vibrationen das Messergebnis verfälschen können. Die Messdaten werden mit der MetroPro-Software automatisch in eine dreidimensionale Höhenkarte des Substrates umgewandelt. Gleichzeitig wird die Rauigkeiten der gemessenen Stelle berechnet. Bei der Rauigkeitsmessung wird ein Objektiv mit einer 50 fachen Vergrößerung verwendet. Ein beispielhaftes Höhenprofil ist in Abbildung 11 1) dargestellt. In Abbildung 11 2) ist ein zweidimensionaler Längsschnitt durch das Höhenprofil verdeutlicht.



Abbildung 11: 1) Höhenprofil eines plan-konkaven Substrates mit dem Radius r=-500 mm. 2) Zweidimensionaler Schnitt durch das dreidimensionale Höhenprofil des Substrates.



Abbildung 12: Messungen der Rauigkeiten mit definierten Abständen auf dem Substrat

Um die Rauigkeit der Substrate systematisch zu bestimmen, wurden die Rauigkeiten an bestimmten Positionen gemessen. Dabei wurden insgesamt neun Messpunkte auf der Oberfläche ermittelt. Für eine genaue Bestimmung der Messpunkte siehe Abbildung 12: Hier wurde im Mittelpunkt ein Messwert, auf einem mittleren Radius wurden vier Werte und auf einem äußeren Radius wiederum vier Messwerte ermittelt.



Abbildung 13 1) Aufnahme für 1" Substrat für die Messungen unter dem Weißlichtinterferometer, um reproduzierbare Positionen zu erhalten. 2) Schnittansicht der Substrataufnahme. 3) Bild der realen Anwendung mit einem eingesetzten Glassubstrat.

Der Substrathalter für das Weißlichtinterferometer wurde mittels einer Drehmaschine aus Aluminium hergestellt und ist in Abbildung 13 zu erkennen.

# 3.2 Spektrometer



Abbildung 14: *PerkinElmer* "LAMBDA 1050" mit den charakteristischen optischen Wegen. 1) Deuterium- und Wolfram-Halogen-Lichtquelle 2) Doppelholographischer Gittermonochromator 3) Strahlenmaske 4) Strahlendepolarisator 5) Chooper 6) Probe und Referenzstrahl Dämpfungsglieder 8) Fotomultiplier und PbS-Detektoren 9) Zweite Probenkammer 10) Fotomultiplier, InGaAs-Detektor und PbS-Detektoren [29]

Für die Prüfung der hergestellten Beschichtungen, hinsichtlich der spektralen Eigenschaften, wird meist ein Spektrometer verwendet. Das Spektralgerät benutzt eine Wolframlampe für NIR und eine Deuteriumlampe für UV/VIS als Lichtquelle, das anschließend in seine Bestandteile zerlegt wird. Für das Zerlegen der Strahlung werden meist ein Prisma, die Beugung am Gitter, die Transmission von Filtern oder die Interferenz an Platten verwendet [30]. Bei Laser Components steht ein Spektrometer der Firma PERKIN ELMAR mit der Bezeichnung "LAMBDA 1050" für Messungen bereit. Eine schematische Darstellung des verwendeten Gerätes ist in Abbildung 14 dargestellt. Zur Erzeugung des monochromatischen Lichts wird ein doppelt hintereinander geschalteter Gittermonochromator verwendet (siehe Abbildung 14 2). In diesem Spektrograph wird ein Eintrittsspalt durch Spiegel in die Beobachtungsebene abgebildet. Das Durchstimmen der Wellenlänge erfolgt über das Drehen der Gittermonochromatoren. Die transmittierte Strahlung nach der zu vermessenden Probe wird mittels eines Detektors aufgenommen. Hierfür stehen bei dem verwendeten Spektrometer ein Fotomultiplier, ein InGaAs-Detektor und ein PbS-Detektor zur Verfügung. Die Detektoren sind in Abbildung 14 10) visualisiert. Ein Vorteil bei dem verwendeten Gerätetyp ist die Messung und die Überprüfung der Optiken über einen großen Wellenlängenbereich. Jedoch kann die Reflektivität bei Optiken von größer als 99,9 % nicht mehr exakt ermittelt werden. Der Messfehler in Transmission wird mit ± 0,05 % angegeben. Bei hochreflektierenden Optiken steigt der Messfehler auf ± 1 %. Für Anti-Reflexions-Beschichtungen, kann eine Genauigkeit von 0,01 % angegeben werden.

### 3.3 Cavity-Ring-Down-Spektroskopie

In den letzten Jahren wurde eine sehr sensible Laser-Absorptionsspektroskopie entwickelt [31]. Diese Spektroskopie wird in verschiedenen Gebieten der Naturwissenschaft genutzt. Eine Art der Nutzung ist die Messung von hohen Reflektivitäten bei Spiegeln [32]. Diese Technik wird als Cavity-Ring-Down-Spektroskopie (CRDS) bezeichnet. Daneben kann auch alternativ die englische Bezeichnung cavity ring down laser absorption spectroscopy (CRLAS) verwendet werden. Die CRDS ist eine direkte Absorptionsspektroskopie, die einige Vorteile gegenüber der herkömmlichen Spektroskopie besitzt. Zum einen ist das Messverfahren unempfindlich gegenüber der von Schuss zu Schuss schwankenden Laserintensität. Zum anderen können hohe Empfindlichkeiten verwirklicht werden. Die Empfindlichkeit jeder Absorptionstechnik ist dabei durch die Länge des optischen Weges, die der Laserpuls zurücklegen muss, determiniert: Je länger die Umläufe sind, desto höher die Empfindlichkeit der Messung [33]. Einsatzgebiete der CRDS sind etwa die Untersuchung von Clustern [34] [35], Studien zur Kinetik von Radikalreaktionen [36] [37] [38], Messungen von optischer Verstärkung in chemisch gepumpten Lasersystemen [39], Spektroskopie an Obertönen [40] [41] [42], Detektion von Spurengasen [4] [43], Untersuchung von Verbrennungsprozessen [44] sowie Messungen mit Lichtwellenleitern [45] [46] [47].



Abbildung 15: Prinzipieller Aufbau einer Cavity-Ring-Down-Spektroskopie. Einmal mit eingeschaltetem Laser und Detektorsignal und mit ausgeschaltetem Laser mit Detektorsignal sowie inclusive der typischen Abklingkurve, die als Ring-Down bezeichnet wird.

Ein schematisches Diagramm des Cavity-Ring-Down-Aufbaus ist in Abbildung 15 vorgestellt. Als Laserquelle werden hier entweder ein Dauerstrichlaser, der mit passender Elektronik an- und ausgeschaltet wird, oder ein gepulster Laser verwendet. Die emittierte Wellenlänge des Lasers ist dabei entscheidend für das Messverfahren, daher benutzen CRD-Instrumente durchstimmbare Laser, die mehr Flexibilität bei den Messungen ermöglichen. Der Resonator besteht aus zwei hochreflektierenden (HR) Spiegeln, die eine Reflektivität von R > 99,9 % im zu messenden Wellenlängenbereich aufweisen. Üblicherweise werden die Spiegel mittels dielektrischen Schichten hergestellt und der Resonator für eine bessere Stabilität mit Hohlraumspiegeln realisiert. Beim Einkoppeln des Laserstrahls in den Resonator wird ein Großteil der Intensität zurückgeworfen. Nur ein kleiner Anteil der Strahlung gelangt in den Resonator (typischerweise < 0,01 %, diese Maßzahl ist jedoch abhängig von der Spiegelreflektivität). Die beiden Spiegel sind mittels Mikrometerschrauben einstellbar, sodass der Laserpuls zwischen den beiden Spiegeln gefangen ist. Der Puls wandert einige µs und bis zu einigen tausend Durchläufen im Resonator hin und her und wird durch Resonatorverluste abgeschwächt. Diese Verluste werden durch die Transmission der Spiegel verursacht und nehmen mit jedem Umlauf um eine bestimmte Prozentzahl ab. Die Zeit zwischen den Pulsen soll daher länger sein als die Abklingzeit, damit keine Überschneidungen vorkommen.

Ein foto-sensibler Detektor oder ein lichtempfindliches optisches Bauteil wird hinter dem Auskoppelspiegel positioniert und zeichnet die transmittierte Intensität jedes Umlaufs aus dem Resonator auf. Wenn der Laserpuls kürzer als die Umlaufzeit des Resonators ist, kann ein zeitlich hochaufgelöster Detektor diskrete Pulse als Signal aufzeichnen. Die einhüllende Funktion der Pulse ist exponentiell abklingend und muss mit einer entsprechenden Software mit einer Regressions-Funktion angenähert werden. Meistens werden schnelle Photodioden oder Photomultiplier als Detektoren eingesetzt und das elektrische Signal mit einer Exponentialfunktion erster Ordnung angenähert. So kann für jeden Laserpuls eine Abklingkonstante bestimmt werden. Diese ist unabhängig vom eingehenden Laserpuls, da nur die Abklingkonstante für das Messverfahren aussagekräftig ist. So ist die Messung für Laserschussschwankungen unempfindlich. Die Abklingzeit selbst wiederum hängt von der Resonatorlänge, der Spiegelreflektivität und der Absorption des Materials, das sich zwischen den Resonatoren befindet, ab. Bei Absorptionsspektroskopien werden in den Resonator Gase eingebracht, die bei den Wellenlängen absorbierende Eigenschaften aufweisen. Je kürzer die Abklingzeit des Detektorsignals ist, desto stärker ist die Absorption. Daraus lassen sich wiederum Rückschlüsse auf die Probe ziehen [31].

Schichtdesigns für dünne Schichten sind auf ihre Einsatzwinkel hin optimiert. Das bedeutet, ein HR-Spiegel hat nur unter einem gewissen Winkel diese hochreflektierenden Eigenschaften. So erzielt ein Spiegel, dessen Schichten auf 0° Einfallswinkel optimiert wurden, bei 45° eine deutlich schlechtere Reflektivität. Um die Möglichkeit zu haben, verschiedene Spiegel bei ihren Winkelstellungen zu vermessen, haben sich die Positionen 0°, 45° und 30° als praktikable Cavity-Ring-Down-Aufbauten bewährt. In Abbildung 16 ist der schematische Aufbau der gebräuchlichsten Experimente veranschaulicht. Bei der Realisierung ist überdies zu beachten, dass die Resonatorspiegel jeweils bei den Aufbauten eine hohe Reflektivität aufweisen müssen, da bei schlechten Reflektivitäten die Absorption groß wird und so keine Messung möglich ist.



Abbildung 16: Schematischer Aufbau für Messungen von 0°, 45° und 30° eines Cavity-Ring-Down Experiments. Dabei wird der Resonator bei 45° und 30° aus drei Spiegeln gebildet. Von zwei Spiegeln soll die Reflektivität unter dem zu messenden Winkel bekannt sein, bei dem zu testenden dritten Spiegel ist die Reflektivität unbekannt.

#### Erzeugung eines Cavity-Ring-Down-Signals zwischen zwei Spiegeln

 $I_0$  ist die Intensität zum Zeitpunkt t = 0, wenn der Laserstrahl in den Resonator mit der Länge L startet. Nach einem vollen Umlauf im Resonator kann die Intensität mit  $I = I_0 R_1 R_2$  beschrieben werden, wenn  $R_1$  und  $R_2$  die jeweilige Reflektivität der Spiegel des Resonators repräsentieren. Absorptionen der Luft, die im Resonator stattfinden, können vernachlässigt werden. Nach k Umläufen, d.h. nach der Zeit  $t = k \cdot t_r$ , wobei  $t_r$ , die Umlaufzeit im Resonator ( $t_r = 2d/c$ ) ist, kann die Intensität wie folgt angegeben werden:

$$I = I_0 R_1^k R_2^k \tag{18}$$

$$k = \frac{t}{t_r} = \frac{ct}{2L} \tag{19}$$

Gleichung 18 liefert den Ansatz:

$$\frac{dI}{dt} = \frac{c \cdot \ln(R_1 R_2)}{2L} \tag{20}$$

Das Integral ergibt folgende zeitabhängige Funktion:

$$I(t) = I_0 \cdot e^{-\frac{t}{\tau}}$$
(21)

$$\tau = -\frac{2L}{c \cdot \ln(R_1 R_2)} \tag{22}$$

Für eine bessere Veranschaulichung ist in Gleichung 21 die Intensität am Detektor für eine feste Resonatorlänge und verschiedene Reflektivitäten in Abbildung 17 aufgetragen. Wenn gilt:  $R_1 = R_2 = R \sim 1$ , kann vereinfacht gesagt werden:  $\ln R = -(1 - R)$ . Dadurch wird Gleichung 22 zu Formel 23 vereinfacht [26]:

$$\tau = -\frac{2L}{c \cdot \ln(R_1 R_2)} = -\frac{2L}{c \cdot 2 \cdot \ln(R)} = -\frac{L}{c \cdot -(1-R)} = \frac{L}{c \cdot (1-R)}$$
(23)

Dabei ist  $\tau$  die Abklingzeit des Resonators, die experimentell ermittelt und für eine Kombination von zwei Spiegelpaaren und drei unterschiedlichen Spiegeln gelöst wird:

$$lnR_i + lnR_j = -\frac{2L}{c\tau_{ij}}, f \ddot{u}r \ i \neq j = 1,2,3$$
(24)

Wir erhalten drei Gleichungen für drei Kombinationen (siehe im Anhang unter Herleitung Austausch-Verfahren) von drei unbekannten Spiegelreflektivitäten. Die Reflektivität kann für den ersten Spiegel folgendermaßen berechnet werden:

$$lnR_1 = -\frac{L}{c} \left[ \frac{1}{\tau_{12}} + \frac{1}{\tau_{13}} - \frac{1}{\tau_{23}} \right].$$
 (25)

Mit den Gleichungen aus 24 und 25 können wir die Reflektivitäten  $R_2$  und  $R_3$  bestimmen und mithilfe der dementsprechenden Resonatorabklingzeiten berechnen [32].



CRD Abklingkurven bei verschiedenen Reflektivitäten

Abbildung 17: Cavity-Ring-Down-Kurven am Detektor für eine feste Resonatorlänge von L=0,32 m und zwei Spiegel mit konstanter Reflektivität. Hierbei nimmt die Abklingkonstante ab und das Signal wird länger.

In Abbildung 17 ist wie schon erwähnt eine typische Abklingfunktion aufgetragen. In dem roten Graph ist eine Reflektivität von R = 99,90 % aufgetragen. Aus Gleichung (22) erhält man folgenden Zusammenhang:

$$\tau \sim \frac{1}{1-R} \tag{26}$$

Dies bedeutet desto geringer die Reflektivität des Spiegels *R*, umso schneller muss ein Detektor gewählt werden. Zugleich wird das Signal verkürzt und die Messung wird ungenauer. Bei Reflektivitäten die kleiner als R = 99,90 % sind kann bereits ein Spektrometer verlässliche Daten liefern und der teure Mehraufwand eines schnellen Detektors ist nicht nötig. Aus diesem Grund macht es Sinn erst Spiegel mit einer Reflektivität von mindestens von R = 99,90 % zu vermessen.

### 4 Realisierung eines CRD-Messaufbaus

### 4.1 Laserquelle

Als Laserquelle steht ein Nd:YAG Laser (Q-smart 450) der Firma Quantel zur Verfügung, der eine Wellenlänge von 1064 nm emittiert. Über einen nicht-linearen Kristallaufsatz kann die Wellenlänge von 532 nm durch Frequenzverdopplung (SHG) erzeugt werden. Die Pulsenergien variieren je nachdem, welcher Aufsatz benutzt wird. Bei 1064 nm steht eine Pulsenergie von 450 mJ und bei 532 nm steht eine maximale Pulsenergie von 220 mJ zur Verfügung. Die Pulsdauer beträgt 6 ns. Bei ersten Messungen fiel auf, dass der Laser seine Polarisierung bei der Verwendung des frequenzverdoppelten Aufsatzes stark verändert. Ohne diesen Aufsatz liegt 90% p-Polarisation und 10 % s-Polarisation vor. Bei der Verwendung des SHG-Aufsatzes ist die Polarisation bei circa 50%p-Polarisation und 50% s-Polarisation. Abbildung 18 verdeutlicht die elektromagnetische Welle zur besseren Nachvollziehbarkeit der Ausführungen für den Betrachter.



Abbildung 18: Momentaufnahme einer 50%-p-polarisierten linearen Welle  $E = E_0 \cdot cos(\omega t - kz)$ . 1) Richtung des Vektors E in der x-y-Ebene. 2) Räumliche Darstellung des elektrischen Vektors  $E(z, t = t_1)$ .

Dieser Zusammenhang wirkt sich auf den Schutz des Lasers aus, da über die Polarisationszustände der Rückreflex vermieden werden kann. Je mehr Anteile der Laser in s-Polarisation aufweist, desto mehr Intensität wird durch die optische Diode ausgekoppelt. Diese ausgekoppelte Lichtintensität erreicht nicht den Resonatorspiegel. Der Nd:YAG Laser gehört zum Typus der Festkörperlaser, ist gepulst mit einer Repetitionsrate von 10 Hz, bietet eine geringe Pulsdauer, gutes Strahlprofil und stellt eine Wellenlänge von 1064 nm bereit. Daher bietet sich der Nd:YAG als Laserquelle für das Cavity-Ring-Down-Experiment sehr gut an. Eine Laserdiode wäre ebenfalls als Quelle möglich, um die Wellenlängen von 968, 941 und 936 nm zu erzeugen. Wenn ein großer Wellenlängen bereich untersucht werden soll, würde ein Farbstofflaser ein größeres Spektrum an Wellenlängen erzeugen [23]. Jedoch müssen die Strahlführung, der Faraday-Isolator, der Resonatorspiegel und der Detektor für diese Wellenlänge spezifiziert sein. Daher bietet es sich an, den Aufbau auf zwei bis drei Wellenlängen zu beschränken.

# 4.2 Platzbedarf und Strahlführung

Als Laserquelle steht ein Nd:YAG Laser der Firma Quantel zur Verfügung, der bei einer Wellenlänge von 1064 nm Licht emittiert. Dieses Licht liegt im infraroten Bereich und ist für das menschliche Auge nicht sichtbar. Das kohärente Laserlicht ist zu 90 % parallel-polarisiert (p-polarisiert) und zu 10 % senkrecht-polarisiert (s-polarisiert). Der Laser besitzt einen Aufsatz mit einem nicht-linearen Kristall, über den er die Wellenlänge von 532 nm erzeugt. Da der Laser für mehrere verschiedene Experimente genutzt wird, wird eine motorisierte Klappspiegelhalterung benötigt, welche einfach angesteuert werden soll. So soll ein einfaches Umschalten zwischen den Aufbauten gewährleistet werden. In Abbildung 19 2) ist eine schematische Skizze zu sehen, die illustriert, wie die Strahlengänge zu den verschiedenen Aufbauten umgelenkt werden. In Abbildung 19 1) ist die Verwirklichung mit den optischen Komponenten in einem Konstruktionsprogramm veranschaulicht. Dabei sind die Klappspiegelhalter in der Farbe lila eingefärbt.



Abbildung 19: 1) Planung der Ansteuermechanik mit einem Konstruktionsprogramm. Klappspiegelhalter sind mit der Farbe lila hervorgehoben. 2) Schematischer Aufbau der Ansteuerung.



Abbildung 20: Zur Verfügung stehende Platzverhältnisse. Dabei sind bereits ein Kalibrierplatz und ein Laserzerstörschwellenplatz auf dem optischen Tisch installiert, die nicht in ihrer Funktion beeinflusst werden dürfen.



Abbildung 21: 1) Tisch1 als dreibeiniger Tisch konzipiert, da sonst ein Strahlengang der Zerstörschwellenmessung beeinflusst würde. 2) Tisch2 für die Erweiterung für einen 45° Aufbau. Solider Aufbau mit optischer Platte und Profilen der Firma *Item*.

Da die Platzverhältnisse limitiert sind, wie in Abbildung 20 zu erkennen, wird für das Cavity-Ring-Down-Experiment der nötige Platz durch zwei Tische, die in Abbildung 21 dargestellt sind, geschaffen. Die beiden eingefügten Tische bieten die Chance eines 0° und eines 45°-Aufbaus. Dabei besteht der 0°-Aufbau aus einem Resonator, der zwei Spiegel enthält. Der 45°-Aufbau besteht aus drei Spiegeln. Der diesbezüglich zu verwendende prinzipielle Aufbau ist bereits in Abbildung 15 unter 1) und 2) beschrieben. Mittels einer Strahlablenkung wird der Strahl auf die Höhe der beiden Tische gelenkt. Bevor der Laserstrahl in den Resonator eindringt, wird über einen Faraday-Isolator (siehe 0 Schutz des Lasers vor dem Rückreflex) der Rückreflex vermieden, wodurch der Laser keinen Schaden erleidet. Mithilfe einer Linearschiene kann eine variable Resonator eingekoppelt, weshalb der Detektor sehr sensibel und schnell arbeiten muss. Die Abbildung 22 1) zeigt die anfängliche Planung eines CRD-Instruments bei 0°. Die Abbildung 22 2) zeigt den CRD-Aufbau für eine Vermessung einer Optik bei 45°. Die strahlführenden Spiegel wurden hochreflektierend für die Wellenlängen 1064 nm und 532 nm gewählt, sodass die Möglichkeit besteht, den Aufbau auch mit einer zweiten Wellenlänge zu betreiben. Dennoch ist bei der Wahl darauf zu achten, dass der Detektor in diesem Wellenlängenbereich geringe Signale detektieren kann.



Abbildung 22: 1) CRD-Aufbau in der 0°-Anordnung. Hierbei wird ein Referenzspiegel mit einer Reflektivität bei 0° von R=99,9 benötigt. 2) CRD-Aufbau in der 45°-Anordnung. Dabei werden zwei Referenzspiegel benötigt, die eine hohe Reflektivität bei 0° aufweisen.

Schutz des Lasers vor dem Rückreflex

Für den Cavity-Ring-Down-Messplatz ist der Faraday-Isolator eine wichtige Komponente, die den Laser vor dem Rückreflex durch die Resonatorspiegel schützt. Der Isolator ist ein sensibles Bauteil, das einen starken Permanentmagneten enthält. Daher muss beim Handling auf magnetisierende Komponenten geachtet werden.



Abbildung 23: Optischer Isolator aus Polarisator und Faraday-Rotator. Grüner Pfeil beschreibt den Polarisationszustand des rücklaufenden Reflexes, der am Linearpolarisator absorbiert wird.

Ein Faraday-Isolator besteht aus einem Polarisator und einem Faraday-Rotator, welcher die Polarisationsebene um 45° dreht und durch den 45°-Polarisator den Isolator verlässt [48]. In Abbildung 23 ist der prinzipielle Aufbau kurz beschrieben. Beim Rücklaufen an einem Spiegel oder beim Einkoppeln in einen Lichtwellenleiter trifft der Strahl wiederum auf den 45°-Polarisator. Durch den Faraday-Rotator wird die Polarisation um 45°-zum Linear-Polarisator gedreht und somit fast vollständig absorbiert. Für eine bessere Darstellung wird dieser Zusammenhang in Abbildung 24 näher erläutert.



Abbildung 24: Verdeutlichung der Polarisationszustände des einfallenden und des reflektierten Laserstrahls für einen Faraday-Rotator.



Abbildung 25: Faraday-Isolator der Firma THORLABS mit der Bezeichnung "IO-10-1064-VHP"; besitzt verstellbare Polarisatoren.

In Abbildung 25 ist die verwendete optische Diode abgebildet. Nur bei einer Wellenlänge von 1064 nm wird der Rückreflex verhindert. Für jegliche andere Wellenlänge wird ein anderweitiger Isolator benötigt. Um ein richtiges Betreiben des Isolators zu gewährleisten, ist es nötig, die beiden Polarisatoren zueinander präzise auszurichten. Der Isolator ist für p-polarisiertes Licht ausgelegt. S-polarisiertes Licht wird schon beim Eintreten in den Faraday-Isolator ausgekoppelt. Über die Seiten des Polarisators wird der Rückreflex ausgekoppelt. Es ist überdies sehr wichtig, an beiden Ausgängen einen "Beam Dump" zu installieren, um die Leistung abzuführen.

Üblicherweise werden Verstärkungen und Abschwächungen in dB angegeben. Gleichung (27) stellt den Zusammenhang von der linearen Abschwächung zur logarithmischen her [48].

$$a = 10^{\frac{x[dB]}{10}}$$
(27)

Der Hersteller der optischen Diode, die Firma THORLABS, gibt einen Dämpfungswert des Faraday-Isolators "IO-10-1064-VHP" von -33,5 dB bei 7,8 mW Leistung an. Der Laserhersteller empfiehlt zudem dem Autor dieser Thesis eine serielle Schaltung zweier optischer Dioden mit  $1 \cdot 10^{-5}$ Dämpfung. Da die Faraday-Isolatoren sehr kostenintensiv mit knapp 4000 € pro Stück sind, wird eine Alternativlösung durch Einsatz eines zusätzlichen Dünnfilm-Polarisators bevorzugt. Dieser Polarisator wird als Spiegel genutzt, der den Rückreflex, welcher sich ausschließlich aus s-polarisiertem Licht zusammensetzt, aus dem Strahlengang auskoppelt. Der Dünnfilm-Polarisator muss hierfür auf einen Winkel von 56° justiert werden. Dieser Winkel wird vom Schichtdesign vorgegeben und sollte nicht verändert werden. In dieser Stellung wird der p-Anteil transmittiert und der s-Anteil am Polarisator reflektiert. In Abbildung 26 ist der schematische Aufbau mit den dementsprechenden Polarisationszuständen des Laserstrahls und des Rückreflexes aufgetragen.



Abbildung 26: Schematischer Aufbau des CRD-Instruments für den Schutz des Lasers vor einem Rückreflex.

Der Polarisationsfilter wird im Brewster-Winkel eingesetzt. Für unseren Filter ergibt sich ein Winkel von 56°, bei dem der Filter eine Transmission für p-Polarisation von 95 % und eine Reflexion von s-Polarisation von 99 % aufweist. Um den Strahlenversatz zu ermitteln, wird folgende Formel verwendet [12]:

$$\Delta y = d \cdot \sin(\varepsilon) \cdot \left(1 - \frac{\cos(\varepsilon)}{\sqrt{n^2 - \sin^2(\varepsilon)}}\right) = 1 \ mm \ \cdot \sin(33^\circ) \cdot \left(1 - \frac{\cos(33^\circ)}{\sqrt{1.6^2 - \sin^2(33^\circ)}}\right) = 0.5 \ mm$$
(28)

Es ergibt sich ein Strahlenversatz von 0,5 mm für den weiteren Strahlengang. In Abbildung 27 sind die Parameter für den Strahlenversatz noch einmal illustriert. Dieser Versatz wurde bei der Einkopplung in den Resonator berücksichtigt.



Abbildung 27: Skizze mit dem Strahlenversatz durch eine Glasplatte und mit beschrifteten Parametern.

# 4.3 Detektor

Eine erste Intensitätsabschätzung kann für den Strahl, der auf den Detektor des CRD-Instrumentes trifft, vorgenommen werden. Diese Erkenntnis ist wichtig, um den Detektor nicht bei der ersten Inbetriebnahme zu übersteuern oder zu zerstören.

$$I_{Detektor} = I_0 \cdot I_{P-Polarisiert} \cdot T_{Filter} \cdot T_{Faraday} \cdot (T_{spiegel})^2$$
<sup>(29)</sup>

$$I_{Detektor} = I_0 \cdot 90\% \cdot 95\% \cdot 98,6\% \cdot (0,01\%)^2 = I_0 \cdot 8,4 \cdot 10^{-9}$$
(30)

$$I_{Detektor-Max-532 nm} = 220 \, mJ \cdot 8.4 \cdot 10^{-9} = 1.7 \cdot 10^{-9} J = 1.85 \, nJ \tag{31}$$

$$I_{Detektor-Max-1064\,nm} = 500\,mJ \cdot 8.4 \cdot 10^{-9} = 1.7 \cdot 10^{-9}J = 4.20\,nJ$$
(32)

Für den Detektor bietet sich eine Lawinen-Fotodiode, auch bekannt als Avalanche-Fotodiode (APDs), an. Bei herkömmlichen Fotodioden resultiert aus einem Photon höchstens ein Elektron im äußeren Stromkreis. Bei einer APD werden mehrere Elektronen-Loch-Paare generiert, sodass es zu einem lawinenhaften Anstieg der Ladungsträger kommt. Im sichtbaren Bereich kommen vor allem Si-Fotodioden zum Einsatz, die zwischen 400 nm und 1050 nm eine Quanteneffizienz zwischen 0,5 und 0,9 aufweisen [49]. Diese Detektoren zeichnen sich durch die Detektion von kleinen Intensitäten aus sowie einem kleinen Signal-zu-Rausch Verhältnis [50] [51]. Daher ist eine APD ein idealer Detektor für ein CRD-Instrument.



Abbildung 28: 1) APD-Detektor-Modul mit Si. 2) Detektor mit 3D-gedruckter Blende. 3) Schnitt durch die 3D-gedruckte Blende. 4) Fertige Umsetzung am Detektor.

Um den Detektor vor der Raumbeleuchtung und diffuser Laserstrahlung an optischen Komponenten zu schützen, wurde eine Blende für den Detektor konstruiert. Die Blende des Detektors ist in Abbildung 28 unter 3) und 4) abgebildet. Die Blende besteht aus einem Thermoplast und ist mit einem 3D-Drucker produziert worden. Die Detektorblende ist nur sehr geringen Laserstrahlungen bzw. Signalen ausgesetzt, weshalb eine Beschädigung durch Laserstrahlung ausgeschlossen ist.



# 4.4 Inbetriebnahme des CRD-Instruments

Abbildung 29: Aufbau für die 0° Stellung ohne Polarisationsfilter.



Abbildung 30: Endkonfiguration des 0° CRD-Instrumentes mit plan-konkav Spiegeln.

In Abbildung 29 und Abbildung 30 ist die letztendliche in dieser Arbeit realisierter 0°-Anordnung über ein Konstruktionsprogramm schematisch dargestellt. Dabei sind die "Beam Dumps" in der Konstruktion am Faraday-Isolator nicht sichtbar.

Die Signale des Detektors werden über ein USB-Oszilloskop mit der Bezeichnung "Picotech 6404B" erfasst, das die Messsignale an einen Computer überträgt und erste Auswertungen ermöglicht. In Abbildung 31 ist ein erstes CRD-Messsignal verarbeitet. Zu erkennen sind hier die Built-Up-Kurve und die charakteristische Ring-Down-Kurve.



Abbildung 31: Oszilloskop Bild der abklingenden Funktion des Ring Downs einer ersten CRD-Messung.

Aus Abbildung 31 können zwei Messwerte abgelesen werden:  $I_1(15 \ \mu s) = 4 \ V$  und  $I_2(30 \ \mu s) = 1 \ V$ , wobei die blaue Linie als Nullpunkt festgelegt wurde, um weitere Rechnungen zu vereinfachen. Bei L=11 cm des Resonators und Verwendung von zwei plan-konkaven Spiegeln gelten Gleichung (21) und Gleichung (22):

$$I(t) = I_0 \cdot e^{-\frac{t}{\tau}} \qquad \ln\left(\frac{I(t)}{I_0}\right) = -\frac{\Delta t}{\tau} \quad \to \quad \tau = \Delta t \cdot \ln\left(\frac{I_0}{I(t)}\right) = 15\mu s \cdot \ln\left(\frac{4V}{1V}\right) = 21\,\mu s \tag{33}$$

$$\tau = -\frac{L}{c \cdot (1-R)} \quad \to \quad R = \frac{L}{c \cdot \tau} - 1 = \frac{0.11 \, m}{3 \cdot 10^8 \frac{m}{s} \cdot 21 \, \mu s} - 1 = 99,99 \,\% \tag{34}$$

Diese ersten Abschätzungen, die mit Gleichung (35) und Gleichung (36) errechnet wurden, liefern eine Reflektivität von R > 99,99%. für das Spiegelsystem. Dies ist ein erster Plausibilitäts-Test der Messung. Das Signal weist eine Wiederholfrequenz von 10 Hz auf, die genau der Repetitionsrate des Nd:YAG Lasers entspricht. Dieser erste Wert ist jedoch nur bedingt aussagekräftig. Um die Abklingkonstante  $\tau$  genau zu bestimmen, müssen mehrere Exponentialfunktionen von mehreren Abklingkurven gefittet und gemittelt werden. So kann der Abklingkonstante ein erster Fehler beigemessen werden.

### 4.5 Datenauswertung

Bei der Bestimmung der Reflektivität der Spiegel ist die Berechnung der Abklingkonstante  $\tau$  aus den aufgenommenen Messdaten ein wichtiger Schritt, da sich aus der entsprechenden Abklingkonstante durch Gleichung

$$\tau = -\frac{2L}{c \cdot \ln(R_1 R_2)},\tag{22}$$

die Reflektivitäten  $R_1$  und  $R_2$  der beiden Spiegel errechnen lassen. Derzeit ist das Vorgehen zur Bestimmung der Regression in keiner Norm geregelt und nicht nur die Institute gehen folglich unterschiedlich vor. Jedoch ist eine internationale Normung der CRD-Messung für die Zukunft bereits angedacht und wird voraussichtlich in den nächsten Jahren verwirklicht. Die Regression wird durch den verwendeten Bereich, die Anzahl der Datenpunkte und das verwendete Regressionsverfahren beeinflusst.

Eine erste statistische Analyse der Datenverarbeitung für CRD-Messungen liegt bereits vor [52]. Die Filterung des Eingangssignals erfolgt dabei zuerst, um sicherzustellen, dass das Rauschen über die ganze Funktion gleichverteilt ist und keine Funktionsabschnitte mehr oder weniger berücksichtigt werden. Die Linearisierung der Messung hat gezeigt, dass hier nur kleine Unterschiede auftreten [52]. Für den Rechner bedeutet dies eine Einsparung der Rechenleistung. In Abbildung 32 ist eine Übersicht über die herkömmlichsten Regressionsverfahren für ein CRD-Instrument dargestellt. Die verschiedenen Prozeduren der Datenanpassung besitzen dabei verschiedene Vor- und Nachteile. Aufgrund der größeren Verteilung der Abklingkonstanten sind diese jedoch immer unempfindlicher als die Anpassung über eine Regression einer exponentiellen Funktion mit Hilfe der Methode der kleinsten Quadrate.



Abbildung 32: Überblick über die herkömmlichen Regressionsverfahren eines CRD-Instruments. Wobei bei der analogen Detektion über optische Bauteile ein Fit-Ergebnis erzielt wird. Die sukzessive Integration ist bei großen Datenmengen, die sofort angepasst werden sollen, besonders nützlich.

Im Rahmen dieser Arbeit wird mit der exponentiellen und linearen Anpassung gearbeitet, da diese Art der Auswertung die genauesten Ergebnisse liefern. Für eine Optimierung hin zu einer Echtzeitdatenanalyse eignet sich hingegen die sukzessive Integration besser, da diese doppelt so schnell ist [53]. Eine weitere Möglichkeit ist die Fourier-Transformation, die im Vergleich zu einer exponentiellen Funktion über den Levenberg-Marquard-Algorithmus Fit-Zeiten mit einer 100-mal höheren Geschwindigkeit ermöglicht [54]. Der Levenberg-Marquardt Algorithmus ist eine iterative Technik, die das Minimum der Summe der kleinsten Quadrate für nicht-lineare Funktionen findet [55]. Es handelt sich dabei um ein Standardverfahren für nicht-lineare Probleme. Die abklingende Kurve des CRD-Instruments unterliegt einer exponentiellen Beziehung mit den Regressionsparametern a, b und  $\tau$  in der Form:

$$I_{(t)} = a \cdot e^{-\frac{t}{\tau}} + b \tag{35}$$

Geht man hier zu Logarithmen über, so lautet die Gleichung:

$$\ln(I_{(t)}) = -\frac{t}{\tau} + \ln(a \cdot b)$$
(36)

Zwischen der Zeit t und  $\ln(I_t)$  besteht also eine lineare Beziehung. Somit können die Ausdrücke als Werte einer Geradengleichung mit der Beziehung

$$y(x) = m \cdot x + t_0, \tag{37}$$

interpretiert werden. Die Steigung der Geraden entspricht dabei  $m = -\frac{1}{\tau}$  und der Schnittpunkt mit der y-Achse  $t_0 = \ln(a \cdot b)$ .

Für die Unsicherheitsfortpflanzung der Gleichung  $m = -\frac{1}{\tau}$ erhalten wir unter der Anwendung des Sonderfalls für Potenzprodukte:

$$\frac{\Delta\tau}{\tau} = \sqrt{\left(\frac{\Delta m}{m}\right)^2} = \frac{\Delta m}{m} \quad \rightarrow \quad \Delta\tau = \frac{\Delta m \cdot \tau}{m} \tag{38}$$

Über diesen Zusammenhang lassen sich die Fehler für eine exponentielle und eine lineare Regression miteinander vergleichen.



Abbildung 33: Diagramm des Pulses in exponentieller und linearer Form.



Abbildung 34: (Links) Regression des Pulses über eine ungefilterte exponentielle Funktion und (recht) gefiltert über eine lineare Gleichung.

Bei beiden Regressionskurven wurden derselbe Wertebereich und dieselbe Anzahl der Messpunkte gewählt (siehe Abbildung 33 und Abbildung 34), um die Ergebnisse vergleichen zu können. Für eine einheitliche Routine der Datenauswertung wurde hierfür mittels *Matlab* ein Programm zur Datenanalyse geschrieben. Das Vorgehen des Programmes ist in Abbildung 35 verdeutlicht. Erst werden die Daten eingelesen, der Wertebereich wird auf eine 90-10 bzw. 80-20 Zeit festgelegt, da sich die Daten im Unendlichen nicht vollständig der Nulllinie annähern. Anschließend folgen eine lineare und eine exponentielle Regression. Die Abklingkonstanten und deren Unsicherheiten werden

berechnet und gespeichert. Maximal werden 32 Pulse gespeichert und berechnet. Dieser Vorgang wird für alle Pulse angewandt. Anschließend werden die Abklingkonstanten gemittelt und daraus wird eine Standardabweichung bestimmt.



Abbildung 35: Schematischer Aufbau der Datenanalyse des CRD-Instruments.

Um das Hüpfen des Pulses aus der Auswertung zu minimieren, wurde der Wertebereich über den prozentualen Abfall des Pulses definiert. Ein Überblick über die Dateneinschränkung der y-Achse ist in Abbildung 36 gegeben. Hier wurden zwei exemplarische Wertebereiche einer 80-10 und einer 90-5 Zeit aufgezeichnet. Dabei bedeutet 80-10 Zeit der Bereich von dem das Signal von 80% der maximalen Intensität auf 10% der maximalen Intensität abgefallen ist. Analog die Bedeutung der anderen Zeiten.



Abbildung 36: Überblick über den Wertebereich der Dateneinschränkung der Regressionspulse. Der Puls mit der roten Linie verdeutlicht eine 80-10 Zeit. Der Puls mit der grünen Linie zeigt eine 90-5 Einschränkung des Datenbereichs in Abhängigkeit von der Ordinate.

Wertebereich in %	$ au_{lin}$ in $\mu s$	$\Delta  au_{lin}$ in $\mu s$	$ au_{exp}$ in $\mu s$	$\Delta  au_{exp}$ in $\mu s$
95 -15	7,41	0,41	6,59	1,37
95 - 10	7,72	0,37	6,98	0,96
95 – 2,5	NA	NA	6,67	0,45
95 - 1	NA	NA	6,72	0,44
90 -20	7,40	0,39	6,54	2,56
90 – 15	7,44	0,42	6,83	1,75
90 – 10	7,67	0,35	6,78	0,93
90 – 5	8,88	0,27	6,67	0,51
90 – 2,5	NA	NA	6,67	0,45
<b>90</b> – 1	NA	NA	6,77	0,44
80 - 15	7,50	0,45	7,14	2,57
80 - 10	7,72	0,37	6,98	0,96
80 – 5	8,97	0,28	6,86	0,50
80 – 2,5	NA	NA	6,85	0,45
80 - 1	NA	NA	6,85	0,43

Tabelle 1: Übersicht über die Mittelwerte und Standardabweichungen für verschiedene Wertebereiche. Dabei beschreibt NA, dass keine Regression vorgenommen werden konnte. Der Wertebereich sollte für die exponentielle Regression so groß wie möglich gewählt werden, um die minimale Standardabweichung zu erzielen.

Die Auswertedauer für einen Spiegel über den *Matlab*-Code im Anhang beläuft sich bei 32 Pulsen auf 80 Sekunden. Das bedeutet eine erhebliche Zeitersparnis und die Daten können zudem anschließend verworfen werden. Es ist des Weiteren zu erkennen, dass die lineare Anpassung stetig eine zu große

Abklingkonstante wiedergibt, wodurch bei sehr großen Wertebereichen keine Regression ermittelt werden könnte. Dies spiegelt sich in der Tabelle 1 mit der Angabe NA wider.

Abschätzen des Fehlers für die berechneten Werte:

Austausch Verfahren

$$\frac{\Delta R_1}{R_1} = \frac{1}{c} \cdot \sqrt{\left(\frac{1}{\tau_{12}} + \frac{1}{\tau_{13}} - \frac{1}{\tau_{23}}\right)^2} \cdot \Delta L^2 + \left(\frac{\Delta \tau_{12}^2}{\tau_{12}^4} + \frac{\Delta \tau_{13}^2}{\tau_{13}^4} + \frac{\Delta \tau_{23}^2}{\tau_{23}^4}\right) \cdot L^2$$

Vereinfachung mit:  $au= au_{12}= au_{13}= au_{23}$  ,  $R_1=1$  ,  $\Delta {
m L}=0$ ,3 mm und L=0,3 m

$$\Delta R_1 = \frac{1}{c} \cdot \sqrt{\left(\frac{1}{\tau}\right)^2 \cdot \Delta L^2 + \left(3 \cdot \frac{\Delta \tau^2}{\tau^4}\right) \cdot L^2}$$

$$\Delta R_1 = \frac{1}{3 \cdot 10^8 \frac{m}{s}} \cdot \sqrt{\left(\frac{1}{6.8 \,\mu\text{s}}\right)^2 \cdot (0.3 \,mm)^2 + \left(3 \cdot \frac{(0.5 \,\mu\text{s})^2}{(6.8 \,\mu\text{s})^4}\right) \cdot (0.3 \,m)^2} = 0.0019 \,\%$$

**Referenz-Verfahren** 

$$\frac{\Delta R_1}{R_1} = \sqrt{\left(\frac{\Delta R_2}{R_2}\right)^2 + \frac{4(\tau^2 \cdot \Delta L^2 + \Delta \tau^2 \cdot L^2)}{c^2 \cdot \tau^4}}$$

Vereinfacht mit:  $\Delta R_2 = 0$ 

$$\Delta R_1 = \sqrt{\frac{4(\tau^2 \cdot \Delta L^2 + \Delta \tau^2 \cdot L^2)}{c^2 \cdot \tau^4}}$$

$$\Delta R_1 = \sqrt{\frac{4((6.8\,\mu s)^2 \cdot (0.3\,mm)^2 + (0.5\,\mu s)^2 \cdot (0.3\,m)^2)}{3 \cdot 10^8 \frac{m^2}{s} \cdot (6.8\,\mu s)^4}} = 0.0011\,\%$$

Diese Abschätzung zeigt, dass es wichtig ist, den Wertebereich für alle Pulse genau zu definieren, da die Pulse trotz Trigger am Oszilloskop im Zeitbereich vor- und zurückhüpfen. Somit benötigt die Auswerteroutine einen festen Start- und Endpunkt. Die Messungen ermöglichen den Nachweis bzw. die genaue Vermessung eines Spiegels, der R = 99,99 % und eine Genauigkeit von ± 0,002 % besitzt. Mit dem herkömmlichen Transmissionsspektrometer sind Unsicherheiten von ± 0,1 % zu erzielen. Somit konnte die Genauigkeit um zwei Magnituden gesteigert werden.

# **5** Experimentelle Ergebnisse

### 5.1 Produktion und Reflektivitätsmessung von 30 Optiken

Bei der Fertigung der ersten Charge wurde Quarzglas als Glassubstrat gewählt. Dieses weist einen geringen Absorptionskoeffizienten im Wellenlängenbereich von 1064 nm auf. 20 plan-parallele Substrate mit einem 1"-Durchmesser und einer Dicke von 5,4 mm wurden mit 10 plan-konkaven Gläsern mit einem Krümmungsradius  $r = -500 \ mm$  beschichtet. Vor der Beschichtung wurden die Rauigkeiten der Substrate mittels des Weißlichtinterferometers "NewView 7100" der Firma Zygo bestimmt. Das Schichtdesign enthielt insgesamt 34 periodische Schichten, die mittels Ionenstrahlsputtertechnik aufgedampft wurden. Als hochbrechendes Material wurde  $Ta_2O_5$  mit einer mittleren Dicke von 122,6 nm und einem Brechungsindex bei 1064 nm mit n=2,17 verwendet. Für das niedrigbrechende Material kam Silizium zum Einsatz, das mithilfe von Sauerstoff zu  $SiO_2$ oxidierte. Die Dicke der  $SiO_2$ -Schichten ist 177,3 nm und der Brechungsindex bei 1064 nm wird mit 1,5 angenommen. Daraus ergibt sich, dass über das Schichtdesignprogramm ein theoretisches Maximum der Reflektivität von 99,9975 % zu erreichen ist. Vor den Reflektivitätsmessungen wurden die Spiegel einer visuellen Kontrolle unter dem Kaltlichtquelle einer staubfreien Umgebung unterzogen. Eventuell vorhandene Fremdpartikel wurden mittels Aceton von der Oberfläche der Optik entfernt. Diese beiden Schritte müssen vor jeder Messung an dem CRD-Instruments durchgeführt werden, um Fremdpartikel an der Oberfläche auszuschließen.

Experiment-Bedingungen der CRD-Messung				
Laser Wellenlänge:	1064 nm			
Laser Repetitionsrate:	10 Hz			
Laser Pulsdauer:	10 ns			
Q-switch Verzögerung:	180 µs			
Einfallswinkel	0°			
Polarisation	Linear			
Umwelteinflüsse:	Atmosphäre			
Resonatorlänge:	0,32 m			
Temperatur:	25 °C			

**Tabelle 2: Messeinstellungen des CRD-Instruments** 

Folgende Formel wurde für die Regressionskurve angenommen

$$y(t) = a + b \cdot e^{-\frac{x}{\tau}},\tag{39},$$

wobei die angepassten Parameter a, b und  $\tau$  sind.

Dabei ist für die weitere Auswertung nur die Abklingkonstante  $\tau$  entscheidend. Das USB-Oszilloskop bietet die Möglichkeit, 32 aufeinanderfolgende Pulse zu speichern. Für diese ersten Messungen wurde die Abklingkonstante  $\tau$  von jeweils 20 Pulsen und einer Spiegelkombination bestimmt. In Abbildung 37 ist ein exemplarischer Puls des Cavity-Ring-Down-Signals und der gefitteten Exponentialfunktion dargestellt.



Abbildung 37: Typisches Cavity-Ring-Down-Signal an dem APD-Detektor. Die rote Kurve beschreibt die angepasste Exponentialfunktion.

Das Programm *Origin* errechnet die Kurvenanpassung über den Levenberg-Marquardt-Algorithmus. Dieser Algorithmus errechnet die Standardabweichung mit dem Fehler der kleinsten Quadrate nach Gauß. Die Parameterwerte werden anfangs durch Abschätzen mittels der Software gewonnen und dann immer weiter korrigiert, bis die gewünschte Genauigkeit erreicht wird.

Für die Kombination der Reflektivität eines Spiegels  $R_1$  mit unbekannten Reflektivitäten des zu messenden Spiegels ergibt sich folgende Formel aus (25), die für plan-konkave Spiegel zur Anwendung kommt (siehe Herleitung Austausch-Verfahren):

$$\ln R_1 = -\frac{L}{c} \left[ \frac{1}{\tau_{12}} + \frac{1}{\tau_{13}} - \frac{1}{\tau_{23}} \right]$$
(25)

plan-konkav Spiegel #	Rauigkeit $\sigma_{RMS}$ in Å	Reflektivität R in %
2-49	3,23(2)	99,9862(2)
2-50	3,26(3)	99,9823(8)
2-51	3,93(2)	99,9859(8)
2-52	3,24(2)	99,9870(8)
2-53	3,15(3)	99,9846(2)
2-54	3,12(3)	99,9852(2)
2-55	3,33(2)	99,9852(2)
2-56	2,98(3)	99,9862(2)
2-57	2,75(2)	99,9849(2)
2-58	3,49(3)	99,9829(3)

Tabelle 3: Substratrauigkeiten und gemessene Reflektivitäten der plan-konkaven Spiegel. Dabei wurden für die Berechnung von 2-49 bis 2-57 die Reflektivitäten über das Austauschverfahren bestimmt. Der Spiegel 2-58 wurde in einer Kombination mit dem Spiegel 2-49 vermessen.

plan-parallel Spiegel #	Rauigkeit $\sigma_{RMS}$ in Å	Reflektivität R in %
2-29	2,75(2)	99,9862(2)
2-30	2,70(3)	99,9823(8)
2-31	2,80(4)	99,9859(8)
2-32	2,86(2)	99,9870(8)
2-33	2,79(3)	99,9846(2)
2-34	2,64(2)	99,9852(2)
2-35	2,81(3)	99,9852(2)
2-36	2,85(2)	99,9862(2)
2-37	2,98(3)	99,9849(2)
2-38	2,90(2)	99,9829(3)
2-39	2,86(3)	99,9824(3)
2-40	2,85(2)	99,985(3)
2-41	2,82(3)	99,985(3)
2-42	2,76(2)	99,985(3)
2-43	2,90(2)	99,985(3)
2-44	2,90(3)	99,985(3)
2-45	2,79(2)	99,985(3)
2-46	2,95(3)	99,985(3)
2-47	2,46(3)	99,984(4)
2-48	2,69(2)	99,985(3)

Tabelle 4: Substratrauigkeiten und gemessene Reflektivitäten der plan-parallen Spiegel. Hierbei wurde der Wert mit dem Referenzverfahren ermittelt. Als Referenzspiegel diente der plan-konkave Spiegel mit der Nummer 2-49.

Die Ergebnisse der ersten produzierten Charge sind für die plan-konkaven Spiegel in Tabelle 3 aufgetragen. Diese Reflektivitäten wurden mit der Hilfe des Austauschverfahrens bestimmt. Nähere Informationen über das Austauschverfahren sind in Kapitel 3.3 Cavity-Ring-Down-Spektroskopie und im Anhang, unter Austausch-Verfahren zu finden. In Tabelle 4 sind die gemessenen Werte der planparallelen Spiegel die mit den Referzenverfahren vermessen wurde aufgetragen. Die gemittelte Rauigkeit  $\sigma_{RMS}$  aller Substrate liegt bei  $(3,0 \pm 0,3)$ Å, mit einer durchschnittlichen Reflektivität von (99,9849 ± 0,0013) %. Die produzierte Charge liefert noch nicht den angestrebten Wert von 99,99 % an Reflektivität, jedoch konnte mit den ersten Messungen das CRD-Instrument getestet werden. Das theoretische Design der Spiegel liegt bei 99,9975 %, und ist daher noch nicht erreicht. Eine Möglichkeit um die Verluste zu minimieren ist eine Wahl der Substrate hin zu niedrigeren Rauigkeiten als 3,0 Å.

# 5.2 Validierung der Referenzspiegel mit externen Messungen

Zwei plan-parallele Spiegel (#72 und #109) wurden vom "Laser Zentrum Hannover (LZH)" auf deren Gesamtverluste, die sich aus der Streuung *S* und der Absorption *A* zusammensetzen, vermessen. Anhand der Gesamtverluste kann die Reflektivität berechnet werden. Anschließend wurde ein Resonator mit einem plan-konkaven (#2-49) Referenzspiegel aufgebaut. Das Referenzverfahren wurde benutz, da nicht wie beim Austausch-Verfahren mehrere Spiegelkombinationen untereinander vermessen werden müssen. So können die Messergebnisse des LZH und der eigene CRD-Messaufbaus (LC) hinsichtlich auf Messfehler, bzw. die unterschiedliche Datenauswertung miteinander verglichen werden.

Experiment-Bedingungen der CRD-Messung			
Laser Wellenlänge:	1064 nm		
Laser Repetitionsrate:	10 Hz		
Laser Pulsdauer:	10 ns		
Q-switch Verzögerung:	180 µs		
Einfallswinkel	0°		
Polarisation	Linear		
Umwelteinflüsse:	Atmosphäre		
Resonatorlänge:	0,32 m		
Temperatur:	25 °C		
Reflektivität-R #2-49	99,9862(2) %		

Tabelle 5: Messeinstellungen des CRD-Instruments

### **Vergleichsergebnisse**

Spiegel	R in % LC	R in % LZH	Absolute Abweichung in %
#72	99,972(2)	99,9747	0,0027
#109	99,9914(6)	99,9911(1)	0,0003
Taballa C. Casar	Alle a web a lle un a sha w D a fl a let	totalitation of a second and Costa and	una ble Xelaia u aveca a casa blaine - Lasan Zanturna

Tabelle 6: Gegenüberstellung der Reflektivitätswerte zweier Spiegel, unabhängig vermessen beim "Laser Zentrum Hannover (LZH)" und mit dem eigenen Aufbau bei "Laser Components (LC))".

Die Messergebnisse mit dem aufgebauten CRD-Instrument konnten anhand der Ergebnisse des LZH verifiziert werden. Die Experimentierbedingungen sind in Tabelle 5 angeführt. Eine Gegenüberstellung der Messungen ist in Tabelle 6 illustriert. Dabei war deutlich zu sehen: Bei geringeren Reflektivitäten – wie bei Spiegel #72 – ist die LC Messung um einen Faktor weniger genau als bei höherreflektierenden Spiegeln wie #109. Anmerkend ist zu sagen, dass die Messungen beim LZH über eine Fast Fourier Transformation angenähert wird. Diese Art der Anpassung liefert höhere Ergebnisse als die hier angewendete ungewichtete exponentielle Anpassung. Ausführliche Informationen hierüber sind im Kapitel 4.5 Datenauswertung bereits ausführlich diskutiert worden. Daher sind die generell höheren Werte beim LZH erklärbar und werden durch das Auswerteverfahren hervorgerufen. Die Absolute Abweichung beider Messwerte liegt nahe beieinander. Somit konnten die Ergebnisse gut verifiziert werden. Die beiden Ergebnisse von LC und LZH sind sehr gut vergleichbar. Der eigene Aufbau kann somit mit Sicherheit Reflektivitäten von 99,9 % und besser vermessen. Dadurch kann eine Produktionskontrolle bzw. Verfahrensoptimierung vorangetrieben werden.

# 5.3 Abhängigkeit der Reflexion von der Substratrauigkeit

30 Substrate mit Rauigkeiten zwischen 5 Å und 0,5 Å wurden mit einer Ionenstrahlsputter-Anlage bedampft. Das Schichtdesign der Spiegel war dabei für einen Einfallswinkel von 0° und für eine Zentralwellenlänge von 1064 nm optimiert. Das theoretische Maximum der Reflektivität wird dabei mit R = 99,9975 % aus dem Schichtdesign ermittelt. Es wurden jeweils Substrate mit einer Oberflächenrauigkeit von 5, 4 und 3 Å für die Beschichtung verwendet. 15 Substrate mit 0,55 bis 0,63 Å wurden ergänzend von extern bezogen. Substrate mit einer Rauigkeit von unter 1 Å sind bedeutend teurer in der Produktion, als Substrate im 3 Å Bereich. Tabelle 7 beschreibt die Konditionen, die beim Messen der Spiegel herrschen.

Experiment-Bedingungen der CRD-Messung			
Laser Wellenlänge:	1064 nm		
Laser Repetitionsrate:	10 Hz		
Laser Pulsdauer:	10 ns		
Q-switch Verzögerung:	180 µs		
Einfallswinkel	0°		
Polarisation	Linear		
Umwelteinflüsse:	Atmosphäre		
Resonatorlänge:	0,32 m		
Temperatur:	25 °C		
Reflektivität-R #2-53	99,9846(2) %		

Tabelle 7: Messvoraussetzungen des CRD-Instruments

In Abbildung 38 sind drei Transmissionskurven (siehe 3.2 Spektrometer) der beschichteten Substrate abgebildet. Bei Reflektivitäten von mehr als 99,9 % gibt das Spektrometer einen Wert von 0 % Transmission an. Daher können diese Daten nicht für die Bestimmung der Reflexion größer als 99 % verwendet werden. Die Transmissionskurve weist einen maximalen Versatz in Richtung der Wellenlänge von 15 nm auf. Dieser Versatz ist auf eine unterschiedliche Schichtdicke zurückzuführend.



Abbildung 38: Transmissionskurve des Spektrometers. Dabei sind drei verschiedene Substrate mit unterschiedlichen Rauigkeiten und Positionen auf dem Substrathalter aufgetragen.

plan-parallel Spiegel #	Rauigkeit $\sigma_{RMS}$ in Å	Reflektivität R in %	Substratherkunft	
2-59	4,3(1)	99,994(3)		
2-60	3,8(3)	99,997(6)		
2-61	5,2(2)	99,99(1)		
2-62	5,2(3)	99,987(3)		
2-63	3,9(1)	99,988(3)	CryLight	
2-64	5,4(2)	99,986(3)	Photonics	
2-65	5,6(3)	99,986(3)		
2-66	5,2(1)	99,993(3)		
2-67	4,3(2)	99,990(3)		
2-68	3,9(2)	99,991(3)		
2-69	2,6(2)	99,998(3)		
2-70	3,4(4)	99,995(3)		
2-71	2,7(2)	99,988(4)	Laser Components	
2-72	3,4(2)	99,992(2)		
2-73	3,2(1)	99,99(2)		
G1402526	0,52	99,986(2)		
G1504421	0,63	99,975(4)		
G1504423	0,62	99,995(4)		
G1504406	0,59	99,973(3)		
Q1000016	0,55	99,986(3)		
Q1000019	0,55	99,999(4)		
Q1000020	0,56	99,998(5)	\&/7\&/	
Q1000052	0,59	99,990(3)	₩₩	
Q1000029	0,56	99,997(4)		
Q2000011	0,55	99,995(3)		
Q2000021	0,58	99,998(3)		
Q2000037	0,59	99,980(5)		
Q2000041	0,58	99,982(3)		
Q2000044	0,58	99,998(2)		

Tabelle 8: Messwerte der Rauigkeiten und Reflektivitäten der Charge mit verschiedenen Rauigkeiten.

Die bereits angesprochenen verschiedenen Hersteller der Substrate waren CryLight Photonics ( $\sigma_{RMS} = 5 - 4$  Å), Laser Components ( $\sigma_{RMS} = 3$  Å), und WZW Optik AG ( $\sigma_{RMS} = 0,6$  Å). Die Fabrikanten sind in Tabelle 8 mit farbig markiert. Die erhaltenen Reflketivitäten mit dem errechneten Messfehler sind ebenso in Tabelle 8 aufgetragen.



Abbildung 39: Vermessene Spiegel eingetragen über die Substratrauigkeit. Die blaue Gerade kennzeichnet den theoretisch maximalen Reflexionswert von 100 %. Die rote Gerade markiert das Designmaximum von 99,9975 % an der Reflektivität.

In Abbildung 39 sind die Messwerte und deren Fehlerbalken aus Tabelle 8 graphisch dargestellt. Bei den Substraten, die eine durchschnittliche Rauigkeit von 0,5 Å aufweisen, konnten die Rauigkeitsmessungen mit dem Weißlichtinterferometer nicht vorgenommen werden und daher kann kein Fehlerbalken angegeben werden. Das Weißlichtinterferomter mit dem die Messungen gemacht wurden, besitzt eine Die Rauigkeitswerte sind dabei von den Herstellerangaben der Substrate übernommen worden. Eine Regression mit einer exponentiellen Funktion für die total integrierte Streuung (TIS) kann wiederum wegen der vergleichsweise großen Fehlerbalken, der hohen Streuung der Messwerte und der geringen Anzahl von 30 Messwerten nicht angenähert werden.

Zum einen können die Fehlerbalken der Reflektivität durch den Einsatz eines Referenzspiegels mit höherer Reflektivität oder mittels einer Mittelung von mehreren Abklingfunktionen verbessert werden. Durch das theoretische Designlimit von 99,9975 % an Reflektivität, gekennzeichnet mit der roten Geraden in Abbildung 39, kann maximal dieses Ergebnis erzielt werden, welcher keinerlei Verluste entspricht. Einige Werte überschreiten diese theoretische Linie, jedoch liegen die Fehlerbalken im theoretischen Bereich.

# **6 Zusammenfassung und Ausblick**

Im Rahmen dieser Arbeit wurde eine Literaturrecherche zur Cavity-Ring-Down-Methode durchgeführt. Dann wurde ein CRD-Instrument geplant, konstruiert, aufgebaut und in Betrieb genommen. Der Messaufbau ist dabei für 0° (senkrechter Einfallswinkel) und eine Zentralwellenlänge von 1064 nm ausgelegt. Zwei Chargen von jeweils 30 Optiken wurden mit der Ionenstrahlsputteranlage und mit einem Schichtdesign von 32 periodischen Schichten, die aus  $Ta_2O_5$ und  $SiO_2$  bestehen, bedampft. Die erste Charge diente zur Herstellung eines Referenzspiegels, der eine plan-konkave Geometrie mit Krümmungsradius von r=-500mm aufweist, um so einen stabilen Resonator für das Instrument zu generieren. In der zweiten produzierten Charge wurde der Herstellungsprozess hinsichtlich der Mikrorauigkeit vor der Beschichtung der Substrate von 0,5 Å bis 5 Å untersucht. Anschließend wurden die Reflektivitäten mit dem gebauten CRD-Instrument ermittelt und über die Rauigkeit aufgetragen. Dabei stellte sich heraus, dass kein Zusammenhang mit den integrierten Streustrahlen beobachtet werden konnte, da die Unsicherheiten zu groß und die Anzahl der vermessenden Spiegel zu gering für eine statistisch signifikante Aussage waren. Der Aufbau konnte mit externen Messungen durch das Laser Zentrum Hannover verifiziert werden und liefert eine maximale absolute Abweichung der Reflektivität von 0,003 %. Des Weiteren konnte durch eine Matlab Datenverarbeitungsroutine eine einheitliche und schnelle Lösung für die Auswertung der Detektorsignale geschaffen werden.

Laser Components steht auf diese Weise jedoch nun ein Messverfahren zur Verfügung, das kostengünstig, schnell und präzise Reflektivitäten von 99,99 % vermessen kann. So kann in weiteren Schritten der Herstellungsprozess der Spiegel untersucht und die Qualitätssicherung gewährleistet werden.

Veränderungen können leicht durch Modifikation der Spiegelanordnung auf einen 45° Einfallswinkel hin angepasst werden. Unter Verwendung der SHG des Lasers ist zudem ein Umstellen auf eine Wellenlänge von 532 nm möglich, jedoch muss dann ein Faraday-Isolator zum Einsatz kommen, der für diese Wellenlänge definiert ist. Verbesserungen können mittels eines Referenzspiegels, der eine größere Reflektivität bei kleinerem Fehler aufweist, erreicht werden. Somit wird die Anzahl der Umläufe im Resonator gesteigert, das Messsignal wird länger, wodurch wiederum eine bessere Regression durch die exponentielle Abklingfunktion angenähert werden kann. Die Steigerung der Anzahl der ausgewerteten Pulse und das Echtzeitanpassen der abklingenden Funktion sind weitere wichtige Schritte für die Verbesserung des Messfehlers. Über die Auswertung mittels einer Fourier-Transformation [52] kann ein hohes Datenaufkommen reduziert und über viele Mittelungen der Abklingkonstante könnten longitudinale Moden und Störeinflüsse verringert werden. Somit kann hierfür die Messunsicherheit genauer angegeben und schlechtere Reflektivitäten von R= 99,9 % noch zuverlässig vermessen werden.

Zur Vermeidung von diffusen Reflexionen, die über den optischen Aufbau hervorgerufen werden und auf den Detektor gelangen, dient eine Einhausung. Eine mögliche Lösung dieses Problems könnte wie in Abbildung 40 1) gezeigt aussehen. Um große Chargen aus der Produktion zu untersuchen, besteht eine Möglichkeit, über ein Filterrad die Spiegel vorher in einem Reinraum zu montieren und anschließend schnell die verschiedenen Spiegelresonatoren durchzutesten. In Abbildung 40 2) ist ein solches Verfahren ansatzweise illustriert.



Abbildung 40 1) Lösungsansatz für eine genauere Justierung des CRD-Instruments bzw. die Möglichkeit des Einhausens zur Vermeidung von Störsignalen, die auf den Detektor gelangen können. 2) Lösungsansatz für die Qualitätssicherung, um produzierte Chargen effektiv und schnell zu vermessen. Erspart ständigen Aufbau der zu vermessenden Optiken, Option auch mit Motorisierung erhältlich.

# Literaturverzeichnis

- [1] Y. Gong und H. B. Li., "Optical feedback cavity ring down technique for accurate measurment of ultra-high reflectivity," *Applied Physics B*, Bd. 93, pp. 355 360, 2008.
- [2] Y. Gong und B. Li, "High-reflectivity measuremtn with a broadband diode laser based cavity ringdown technique," *Applied Physics B*, Bd. 88, pp. 477 - 482, 2007.
- [3] K. Ferencz und R. Szipocs, "Recent developments of laser optical coatings in Hungary," *Optical Engineering*, Nr. 32, pp. 2525 2538, 1993.
- [4] M. Mürtz, B. Frech und W. Utban, "High-resolution cavity leak-out absorption spectroscopy in the 10-ym region," *Applied Physics B: Lasers and Optics*, Nr. 68, pp. 243 -249, 1999.
- [5] Z. Hongyu, L. Bincheng, H. Yanling und G. Lifeng, "Combined cavity-down and spectrophotometry for measuring reflectance of optical laser components," *Optical Society of America*, Bd. 21, Nr. 22, 2013.

- [6] G. Hass, "Filmed Surface for Reflecting Optics," Journal of the optical society of America, Bd. 45, Nr. 11, pp. 945 - 952, 1955.
- [7] G. Lifin, "Technische Optik in der Praxis," Heidelberg, Springer-Verlag, 2005, pp. 61 68.
- [8] K. V. Popov, J. A. Dobrowolski, A. V. Tinkhonravov und B. T. Sullivan, "Broadband high-reflection multilayer coatings at oblique angles of incidence," *Applied Optics*, Bd. 10, Nr. 36, pp. 2139 -2151, 1997.
- [9] F. Petrotti, L. Petrotti, W. Bausch und H. Schmidt, Optik für Ingenieure, Heidelberg: Springer-Verlag, 2005.
- [10] O. Stenzel, Optical Coatings: Material Aspects in Theory and Practice, Heidelberg: Springer Verlag, 2014.
- [11] H. Marcelod, "Thin-Film Optical Filters," Tucson, Taylor & Francis Book, 2010, pp. 209 -239.
- [12] H. Naumann, G. Schröder und M. Löffler-Mang, Handbuch Bauchelemente der Optik, München: Carl Hanser Verlag, 2014.
- [13] R. Lalezari, G. Rempe, R. J. Thompson und H. J. Kimble, "Measurment of ultralow losses in dielectric mirror in Topical Meeting on Optical Interference Coating Tucson," *Optical Society of America*, pp. 331 - 333, 1992.
- [14] D. M. Mattox, Handbook of physical vapor deposition (PVD) processing, New Jersey: Noyes Publications, 1997.
- [15] M. Ohring, Materials science of thin films, San Diego: Academic Press, 2002.
- [16] L. Cheng-Chung, The Current Trends of Optics and Photonics, Taiwan: Springer-Verlag, 2015.
- [17] D. Meschede, Gerthsen Physik, Würzburg: Springer-Verlag, 2005.
- [18] H. Haferkorn, Optik Physikalisch-technische Grundlagen und Anwendungen, Heppenheim: WILEY-VCH Verlag, 2003.
- [19] A. Maradudin, Light Scattering and Nanoscale Surface Roughness, Springer-Verlag, 2007.
- [20] A. V. Tikhonravov, M. K. Trubetskov, A. A. Tikhonravov und A. Duparré, "Effects of interface roughness on the spectal properties of thin films and multilayers," *Applied Optics*, Bd. 42, Nr. 25, pp. 5140 - 5148, 2003.
- [21] A. Tikhonravov und M. K. Trubetskov, "Accuracte formulars for estimating effects of surface micro-roughness on ellipsmetric angles of dielectric thin films," in *Optical Society of America*, Tucson, Arizona United States, 2004.
- [22] A. Duparré, J. Ferre-Borrull, S. Gliech, G. Notni, J. Steinert und J. M. Bennett, "Surface characterization techniques for determing the root-mean-square roughness and power spectral

densities of optical components," Applied Optics, Bd. 41, Nr. 1, pp. 154 - 170, 2002.

- [23] J. Eichler, "Laser," Heidelberg, Springer-Verlag, 2010, pp. 256 -279.
- [24] W. Demtröder, Experimentalphysik 3: Atome, Moleküle und Festkörper, Heidelberg: Springer Verlag, 2013.
- [25] M. Eichhorn, Laserphysik: Grundlangen und Anwendungen für Physiker, Maschinenbauer und Ingenieure, Heidelberg: Springer-Verlag, 2013.
- [26] W. Demtröder, Laserspektroskopie 2, Berlin: Springer-Verlag, 1991.
- [27] B. Saleh und M. Teich, "Fundamental of Photonics," Jon Wiley & Sons, Inc., 1991, pp. 824 825.
- [28] H. Fouckhardt, Halbleiterlaser, Berlin: Springer-Verlag, 2011.
- [29] "http://www.perkinelmer.com," PerkinElmar, 25 09 2015. [Online]. [Zugriff am 25 09 2015].
- [30] G. Schröder und H. Treiber, Technische Optik, Würzburg: Vogel-Fachbuch, 2007.
- [31] M. D. Wheeler , S. M. Newman, A. J. Orr-Erwingt und N. R. Ashfold, "Cavity ring-down spectroscopy," *Journal of the Chemical Society, Faraday Transactions*, Nr. 94, pp. 337 - 351, 1998.
- [32] G. Sridhar, "Cavity ring-down technique for measurment of reflectivity of high refelctivity mirrors with high accuracy," *Pramana Journal of Physics*, Nr. 75, pp. 1233 1239, 2010.
- [33] K. Bescherer, J. A. Barnes, S. Dias, G. Gagliardi, H.-P. Loock, N. R. Trefiak, H. Waechter und S. Yam, "Measurment of multi-exponential optical decay processes by phase-shift cavity ring down," *Applied Physics B: Lasers and Optics*, Nr. 96, pp. 193 200, 2009.
- [34] R. A. Provencal, J. B. Paul, C. Chapo, R. N. Casases, R. J. Saykally, G. S. Tschumper und H. F. Schaefer III, "Infrared cavity ringdown spectroscopy of methanol clusters: Single donor hydrogen bonding," *Journal of Chemical Physics*, Nr. 110, pp. 4258 - 4267, 1999.
- [35] Y. Matsumoto und K. Honma, "NH stretching vibrations of pyrrole clusters studied by infrared cavity ringdown spectroscopy," *The Journal of Chemical Physics*, Nr. 127, p. 184310, 2007.
- [36] T. Yu und M. C. Lin, "Kinetics of Phenyl Radical Reactions Studied by the "Cavity-Ring-Down" Method," Journal of the American Chemical Society, Nr. 115, pp. 4371 - 4372, 1993.
- [37] L. Zhu und G. Johnston, "Kinetics and Products of the Reaction of the Vinoxy Radical with O2," *The Journal of Physical Chemistry*, Nr. 99, pp. 15114 - 15119, 1995.
- [38] A. Alexander, "Reaction kinetics of nitrate radicals with terpenes in solution studied by cavity ring-down spectroscopy," *Chemical Physics Letters*, Nr. 393, pp. 138 142, 2004.

- [39] D. Bernard, "Chemically pumped visible-wavelength laser with high optical gain," *Applied Physics Letters*, Nr. 65, pp. 1340 1342, 1994.
- [40] J. J. Scherer, J. B. Paul und R. J. Saykally, "Infrared cavity ringdown laser absorption," *Chemical Physics Letters*, Nr. 245, pp. 273 -280, 1995.
- [41] J. Xie, B. A. Paldus, E. H. Wahl, J. Martin, T. G. Owano, C. H. Kruger, J. S. Harris und R. N. Zare, "Near-infrared cavity ringdown spectroscopy of water vapor in an atmosperic flame," *Chemical Physics Letters*, Nr. 245, pp. 387 - 395, 1998.
- [42] D. Kleine, S. Stry, J. Lauterbach, K. Kleinermanns und P. Hering, "Measurment of the absolute intensity of the fifth CH stretching overtone of benzene using cavity ring-down spectroscopy," *Chemical Physics Letters*, Nr. 284, pp. 185 - 190, 1999.
- [43] S. Wenzel, P. B. Davies, R. Engeln, D. C. Schram und J. Röpcke, "Trace gas measurments using optically resonant cavities and quantum cascade lasers operating at room temperature," *Journal* of Applied Physics, Nr. 104, p. 093115, 2008.
- [44] J. Scherer, D. Voelkel und D. J. Rakestraw, "Infrared cavity ringdown laser absorption spectroscopy (IR-CRLAS) in low pressure flames," *Applied Physics B: Lasers and Optics*, Nr. 64, pp. 699 -705, 1997.
- [45] P. B. Tarsa, A. D. Wist, P. Rabinowitz und K. K. Lehmann, "Single-cell detection by cavity ringdown spectroscopy," *Applied Physics Letters*, Nr. 85, pp. 4523 - 4525, 2004.
- [46] R. Li, "Capillary Electrophoresis Absorption Detection Using Fiber-Loop Ring-Down Spectroscopy," *Analytrical Chemistry*, Nr. 78, pp. 5685 - 5692, 2006.
- [47] M. Jiang, Z. Weigang, Z. Qi, L. Yaping und L. Bo, "Investigation on an evanescent wave fiber-optic absorption sensor based on fiber loop cavity ring-down spectroscopy," *Optics Communications*, Nr. 283, pp. 249 - 253, 2010.
- [48] R. Wynands, F. Diedrich, D. Meschede und H. R. Telle, "A compact tunable 60-dB Faraday optical isolator for the near infrared," *Review of Scientific Instruments*, Bd. 63, pp. 5586 5590, 1992.
- [49] G. A. Reider, Photonik: Eine Einführung in die Grundlagen, Wien: Springer-Verlag, 2012.
- [50] R. B. Emmons, "Avalanche-Photodiode Frequency Response," *Journal of Applied Physics*, Bd. 38, Nr. 9, pp. 3705 - 3714, 1967.
- [51] S. Nobushiko, N. Hiroshi, M. Osamu, A. Hiroaki und K. Hiroshi, "New InGaAs/InP Avalanche Photodiode Structure for the 1 - 1.6 μm Wavelength Region," *Institute of Electrical and Electronics Engineers*, pp. 864 - 870, 1980.
- [52] K. L. Lehmann und H. Huang, Frontiers of Molecular Spectroscopy, Ungarn: Elsevier, 2009.
- [53] M. A. Everest und D. B. Atkinson, "Discrete sums for the rapid determination of expoential decay

constants," Review of Scientific Instruments, Bd. 79, Nr. 023108, 2008.

- [54] M. Mazutrenka, R. Wada, A. J. L. Shillings, T. J. A. Butler, J. M. Beames und A. J. Orr-Erwing, "Fast Fourier transform analysis in cavity ring-down spectroscopy: application to an optical detector for atmosperic NO2," *Applied Physics B*, Bd. 81, pp. 135 - 141, 2005.
- [55] D. W. Marquardt, "An algorithm for least-squares estimation of nonlinear parameters," *Journal* of the Society for Industrial & Applied, Bd. 11, Nr. 2, pp. 431-441, 1963.
- [56] L. Papula, Mathematik für Ingenieure und Naturwissenschaftler, Wiesbaden: Vieweg+Teubner Verlag, 2011.
- [57] K. A. Schäffer und M. Nourney, "Abschätzung der Varianz stetiger Merkmale aus Intervallbreit und Mittelwert," *Metrika*, pp. 41-56, 1958.

# Anhang

### **Herleitung Austausch-Verfahren**

Die Gleichung liefert uns die Abklingkonstanten für zwei Spiegel deren Reflektivität unbekannt ist:

$$lnR_i + lnR_j = -\frac{2L}{c\tau_{ij}}, f \ddot{u}r \ i \neq j = 1,2,3$$
 (24)

Wir setzen für *i* und *j* 1,2 und 3 ein und erhalten drei Gleichungen:

$$lnR_1 + lnR_2 = -\frac{2L}{c\tau_{12}}$$
(40)

$$lnR_1 + lnR_3 = -\frac{2L}{c\tau_{13}} \rightarrow lnR_3 = -\frac{2L}{c\tau_{13}} - lnR_1$$
 (41)

$$\ln R_2 + \ln R_3 = -\frac{2L}{c\tau_{23}} \rightarrow \ln R_2 = -\frac{2L}{c\tau_{23}} - \ln R_3$$
 (42)

(41) in (42)

$$lnR_2 = -\frac{2L}{c\tau_{23}} + \frac{2L}{c\tau_{13}} + lnR_1$$
(43)

(43) in (40)

$$lnR_1 - \frac{2L}{c\tau_{23}} + \frac{2L}{c\tau_{13}} + lnR_1 = -\frac{2L}{c\tau_{12}}$$
(44)

Umstellen nach  $lnR_1$ :

$$2lnR_1 = \frac{2L}{c\tau_{23}} - \frac{2L}{c\tau_{12}} - \frac{2L}{c\tau_{13}}$$
(45)

Durch kürzen und ausklammern erhalten wir:

$$lnR_{1} = \frac{L}{c} \left( \frac{1}{\tau_{23}} - \frac{1}{\tau_{12}} - \frac{1}{\tau_{13}} \right)$$
(46)

Umstellen in die Abklingfunktion:

$$R_1 = e^{-\frac{L}{c} \left(\frac{1}{\tau_{12}} + \frac{1}{\tau_{13}} - \frac{1}{\tau_{23}}\right)}$$
(47)

Identisch zu  $R_1$  erhalten wir Ergebnisse für  $R_2$  und  $R_3$ 

$$R_2 = e^{-\frac{L}{c}\left(\frac{1}{\tau_{12}} + \frac{1}{\tau_{23}} - \frac{1}{\tau_{13}}\right)}$$
(48)

$$R_3 = e^{-\frac{L}{c} \left(\frac{1}{\tau_{13}} + \frac{1}{\tau_{23}} - \frac{1}{\tau_{12}}\right)}$$
(49)

Beim Messen mit dem Cavity-Ring-Down-Instrument von drei Spiegeln erhalten wir drei verschiedene Abklingkonstanten. Über das Lösen eines Gleichungssystems können mit den Formeln (49),(50)und (51) die Refkeltivitäten  $R_1$ ,  $R_2$  und  $R_3$  aus der kombinierten Abklingkonstanten  $\tau_{12}$ ,  $\tau_{23}$  und  $\tau_{13}$  errechnet werden. In der Gleichung steht L für die Resonatorlänge und c steht für die Lichtgeschwindigkeit. Für ein System mit drei, oder mehr Spiegeln, beispielsweise für einen 45° Aufbau, können die Gleichungen über ein Gleichungssystem mit mehreren Kombinationen hergeleitet werden.

### Fehlerrechnung

Die Gaußsche Fehlerfortpflanzung einer realen Funktion ist definiert durch:

$$y = f(x_1, x_2, x_3, ..)$$
(50)

Bei nicht korrelierenden x<sub>i</sub> gilt für die Standardabweichung von y [56]:

$$\Delta y = \sqrt{\left(\frac{\partial y}{\partial x_1}\Delta x_1\right)^2 + \left(\frac{\partial y}{\partial x_2}\Delta x_2\right)^2 + \left(\frac{\partial y}{\partial x_3}\Delta x_3\right)^2 + \cdots}$$
(51)

### Austausch-Verfahren

Wird verwendet wenn keine Spiegelreflektivität bekannt ist. Dabei werden drei Spiegel in drei Kombinationen zu einander Vermessen. Anhand des Gleichungssystems (24) beschrieben erhalten wir:

$$R_1 = e^{-\frac{L}{c} \left[\frac{1}{\tau_{12}} + \frac{1}{\tau_{13}} - \frac{1}{\tau_{23}}\right]}$$
(25)

$$\Delta R_{1} = \sqrt{\left(\frac{\partial R_{1}}{\partial L} \cdot \Delta L\right)^{2} + \left(\frac{\partial R_{1}}{\partial \tau_{12}} \cdot \Delta \tau_{12}\right)^{2} + \left(\frac{\partial R_{1}}{\partial \tau_{13}} \cdot \Delta \tau_{13}\right)^{2} + \left(\frac{\partial R_{1}}{\partial \tau_{23}} \cdot \Delta \tau_{23}\right)^{2}}$$
(52)

$$\frac{\partial R_1}{\partial L} = R_1 \cdot -\frac{1}{c} \left( \frac{1}{\tau_{12}} + \frac{1}{\tau_{13}} - \frac{1}{\tau_{23}} \right)$$
(53)

$$\frac{\partial R_1}{\partial \tau_{12}} = R_1 \cdot \frac{L}{c} \left(\frac{1}{\tau_{12}^2}\right) \frac{\partial R_1}{\partial \tau_{13}} = R_1 \cdot \frac{L}{c} \left(\frac{1}{\tau_{13}^2}\right) \frac{\partial R_1}{\partial \tau_{23}} = -R_1 \cdot \frac{L}{c} \left(\frac{1}{\tau_{23}^2}\right)$$
(54)

(53),(54) in (52)

$$\frac{\Delta R_1}{R_1} = \sqrt{\left(-\frac{1}{c}\left(\frac{1}{\tau_{12}} + \frac{1}{\tau_{13}} - \frac{1}{\tau_{23}}\right) \cdot \Delta L\right)^2 + \left(\frac{L}{c}\left(\frac{1}{\tau_{12}^2}\right) \cdot \Delta \tau_{12}\right)^2 + \left(\frac{L}{c}\left(\frac{1}{\tau_{13}^2}\right) \cdot \Delta \tau_{13}\right)^2 + \left(-R_1 \cdot \frac{L}{c}\left(\frac{1}{\tau_{23}^2}\right) \cdot \Delta \tau_{23}\right)^2}$$
(55)

$$\frac{\Delta R_1}{R_1} = \frac{1}{c} \cdot \sqrt{\left(\frac{1}{\tau_{12}} + \frac{1}{\tau_{13}} - \frac{1}{\tau_{23}}\right)^2} \cdot \Delta L^2 + \left(\frac{\Delta \tau_{12}^2}{\tau_{12}^4} + \frac{\Delta \tau_{13}^2}{\tau_{13}^4} + \frac{\Delta \tau_{23}^2}{\tau_{23}^4}\right) \cdot L^2$$
(56)

 $\Delta R_1$  beschreibt den Fehler der Messung des Austauschverfahrens.  $R_1$  steht für die Reflektivität des ersten Spiegels. Die kombinierten Abklingkonstanten  $\tau_{12}$ ,  $\tau_{23}$  und  $\tau_{13}$ werden über den exponentiellen Regression bestimmt. Der Fehler  $\Delta \tau_{12}$ ,  $\Delta \tau_{23}$  und  $\Delta \tau_{13}$  eine Abklingkonstante setzt sich aus der Standardabweichung der gemittelten Abklingkonstanten zusammen. Die Resonatorlänge L wird mit beschrieben und die Unsicherheit der Resonarorlänge  $\Delta L$  wurde mit einer Rechteckverteilung über eine Linearschiene angenommen.

#### **Referenz-Verfahren**

Wird verwendet wenn eine Spiegelreflektivität  $R_2$  mit ihren Fehler  $\Delta R_2$  bekannt ist. Erhalten wir für den zu vermessenden Spiegel  $R_1$  folgende Formel:

$$R_1 = \frac{1}{R_2} \cdot e^{-\frac{2 \cdot L}{c} \cdot \left[\frac{1}{\tau}\right]}$$
(57)

$$\Delta R_1 = \sqrt{\left(\frac{\partial R_1}{\partial R_2} \cdot \Delta R_2\right)^2 + \left(\frac{\partial R_1}{\partial L} \cdot \Delta L\right)^2 + \left(\frac{\partial R_1}{\partial \tau} \cdot \Delta \tau\right)^2}$$
(58)

$$\frac{\partial R_1}{\partial R_2} = -R_1 \cdot \frac{1}{R_2} \cdot \tag{59}$$

$$\frac{\partial R_1}{\partial L} = -R_1 \cdot \frac{2}{c} \cdot \left(\frac{1}{\tau}\right) \tag{60}$$

$$\frac{\partial R_1}{\partial \tau} = R_1 \cdot \frac{2 \cdot L}{c} \cdot \left(\frac{1}{\tau^2}\right) \tag{61}$$

(59),(60),(61) in (58)

$$\Delta R_1 = \sqrt{\left(-R_1 \cdot \frac{1}{R_2} \cdot \Delta R_2\right)^2 + \left(-R_1 \cdot \frac{2}{c} \cdot \Delta L\right)^2 + \left(R_1 \cdot \frac{2 \cdot L}{c} \cdot \left(\frac{1}{\tau^2}\right) \cdot \Delta \tau\right)^2}$$
(62)

$$\frac{\Delta R_1}{R_1} = \sqrt{\left(\frac{\Delta R_2}{R_2}\right)^2 + \left(\frac{2}{c} \cdot \left(\frac{1}{\tau}\right) \cdot \Delta L\right)^2 + \left(\frac{2 \cdot L}{c} \cdot \left(\frac{1}{\tau^2}\right) \cdot \Delta \tau\right)^2}$$
(63)

$$\frac{\Delta R_1}{R_1} = \sqrt{\left(\frac{\Delta R_2}{R_2}\right)^2 + \frac{4(\tau^2 \cdot \Delta L^2 + \Delta \tau^2 \cdot L^2)}{c^2 \cdot \tau^4}}$$
(64)

Formel (63) gilt für einen 0°-CRD-Aufbau, wobei die Reflektivität eines Spiegels  $R_2$  mit seiner Messunsicherheit  $\Delta R_2$  bereits bekannt ist. Dabei entstehen drei Glieder. Das erste Glied ist abhängig von der Resonatorschwankung  $\Delta L$ . Der zweite Teil ist abhängig vom Dunkelstrom des Detektors und der Anzahl der Umläufe, die der Laserpuls im Resonator durchläuft. Zu beachten ist, dass die Umläufe ausschließlich von den Spiegelverlusten abhängen und die Abklingkonstante mit  $1/\tau^2$  in den Fehler eingeht. Je geringer die Reflektivität der Spiegel, desto größer der Fehler. Das kann sich dahin steigern, dass keine Abklingkonstante aufgenommen werden kann, da zu hohe Verluste pro Umlauf auftreten.

#### Fehler- und Messunsicherheitsabschätzung der Linearschiene

Die Resonatorlänge *L* unterliegt statistischen Schwankungen, daher ist die Frequenz einer Lasermode nicht konstant. Die Änderung der geometrischen und optischen Länge des Resonators hat Auswirkungen in Form von z.B. Temperaturschwankungen, Druckschwankungen und mechanischen Erschütterungen.

Die Resonatorlänge wird über die Linearschiene abgelesen. Die kleinste ablesbare Skala ist auf 1 mm beschränkt. Bei dieser Art der Messung wird eine stetige Gleichverteilung, auch Rechteckverteilung genannt, für die ermittelten Werte angenommen. Der wirkliche Wert wird zwischen den zwei Intervallstrichen liegen und die Wahrscheinlichkeit ist bei jedem Wert gleich groß. Für die Standardabweichung in einem Intervall von a bis b für eine stetige Gleichverteilung gilt [57]:

$$\sigma_{Rechteck} = \sqrt{\frac{(b-a)^2}{12}} = \frac{b-a}{2\cdot\sqrt{3}}$$
(65)

Für das Intervall b=1 mm und a=0 mm erhalten wir:

$$\Delta L = \sigma_{Rechteck} = \frac{1 \ mm}{2 \cdot \sqrt{3}} = 0,289 \ mm \tag{66}$$

Somit kann für den Fehler der Linearschiene eine Unsicherheit von 0,3 mm angenommen werden.

### Contents

- Importiert die Daten aus der Text-Datei
- Öffnet das die Text Datei
- List die Daten als einen String ein
- Schließt die Text-Datei
- Definiert Variabelnamen als Vektoren
- Löscht Variablen zum Einlesen
- Datenausgabe der Pulse
- Datenmanipulation Bereich Abschneiden
- Fitten der Funktion über linearisierung und Berechnung des Taus
- Exponentielle Regression

```
% Verfasser Axel Haunholter
```

- % Masterarbeit zum Thema CRD-Instrument Daten-Verarbeitung
- % Erstellungsdatum: 2015-09-18
- % Der Code ist für ein Beispiel von 4 Pulse dargestellt die eingelesen und
- % Verarbeitet werden.

### Importiert die Daten aus der Text-Datei

```
% Löscht offene Diagramme, Command Window etc.
clc
clear alll
delete(findall(0,'Type','figure'))
```

### Initalisierungsvariable für Durchläufe zum einlesen der Pulse

for i=1:4 % Anzahl der Pulse die eingelesen werden sollen

```
% Schleife für das automatische einlesen der Daten
     if(i<10) % Fallunterscheidung für Zahlen bis 9 hier wird eine 0 an das einlese File gehäng
t.
       a=num2str(i);
      b = 'G:\20150730 Save MAsterarbeit\Programm\20150730-0001\20150730-0001 0';
c='.txt';
filename = strcat(b,a,c);
   else
       a=num2str(i);
      b = 'G:\20150730 Save MAsterarbeit\Programm\20150730-0001\20150730-0001 ';
c='.txt';
filename = strcat(b,a,c);
   end
delimiter = '\t';
startRow = 3;
% Format string for each line of text:
%
  column1: double (%f)
```

```
% column2: double (%f)
% For more information, see the TEXTSCAN documentation.
formatSpec = '%f%f%*s%[^\n\r]';
```

# Öffnet das die Text Datei

```
fileID = fopen(filename,'r');
```

### List die Daten als einen String ein

```
textscan(fileID, '%[^\n\r]', startRow-1, 'ReturnOnError', false);
dataArray = textscan(fileID, formatSpec, 'Delimiter', delimiter, 'EmptyValue', NaN, 'ReturnOnErro
r', false);
```

# Schließt die Text-Datei

fclose(fileID);

### Definiert Variabelnamen als Vektoren

```
Zeit = dataArray{:, 1};
Intensity = dataArray{:, 2};
```

### Löscht Variablen zum Einlesen

clearvars filename delimiter startRow formatSpec fileID dataArray ans;

### Datenausgabe der Pulse

```
figure( 'Name', 'Rohdaten' );
plot(Zeit , Intensity, 'r')
xlabel('Zeit in my')
ylabel('Intensität ')
```





# **Datenmanipulation Bereich Abschneiden**

L=length(Zeit); %Gib die Länge der Eingelesenen Daten aus Werte=1000; % Gibt den Wertebereich an welche Daten verwendet werdern für den Mittelwert ProzentStart=0.9; % Hier kann der Bereich eingestellt werden wo die Funktion Bsp. 0.8

```
ProzentEnde=0.1; % Hier kann der untere Bereich eingestellt werden wo die Funktion abgeschnit
ten werden soll Bsp. 0.2
meanStart=mean(Intensity(1:Werte)); % Ermittelt die obere Sättigung der Exponentialfunktion
meanEnde=mean(Intensity(L-Werte:L)); % S Ermittelt die untere Sättigung der Exponentialfunktion
kStart = find(abs(Intensity-ProzentStart*meanStart) < 0.02); %
kEnde = find(abs(Intensity-ProzentEnde*meanStart) < 0.02);
Start=int32( mean(kStart)); % Errechent den Mittelwert der gefunden oberen Werte
End=int32(mean(kEnde)); % Errechneten den Mittelwerten gefunden unterten Werte
x=Zeit(Start:End);
y=Intensity(Start:End);
% figure( 'Name', 'Augewählter Abschnitt' );
% plot( x,y,'b') % Gibt den verwendeten Wertebereich in Blauerschrift an.
```

# Fitten der Funktion über linearisierung und Berechnung des Taus

```
% Linearer Fit
    % Bilden des natürlichen Logarithmuses
Xlin = [ones(length(x),1) x]; % Matlab benutzt eine eigenen Rutine um diese Probleme zu lösen
blin = Xlin\log(y);
tau_lin2=-1/blin(2); % Errechnet die Abklingkonstante des Pulses über eine Gerade
tau_lin(i)=tau_lin2;
```

### **Exponentielle Regression**

```
[xData, yData] = prepareCurveData( x, y );
% Set up fittype and options.
ft = fittype( 'a*exp(-x/b)+c', 'independent', 'x', 'dependent', 'y' );
opts = fitoptions( 'Method', 'NonlinearLeastSquares' );
opts.Display = 'OFF';
opts.StartPoint = [0.301373130771034 5 0.801821580169609]; % Startbedingungen für die Regressio
n
opts.TolFun = 1e-14;
                                                            % Tolleranzen für den Fit
opts.TolX = 1e-14;
% Fit model to data.
[fitresult, gof] = fit( xData, yData, ft, opts );
% Plot fit with data.
figure( 'Name', 'Exponentiele Regression' );
                                                           % Plot Regression mit Werten
h = plot( fitresult, xData, yData );
legend( h, 'y vs. x', 'exp(-t/tau)', 'Location', 'NorthEast' );
% Label axes
xlabel( 'x' );
ylabel( 'y' );
grid on
tau_exp2 = coeffvalues(fitresult);
tau_exp(i)= tau_exp2(2);
```





### end;

% Berechungn von Mittelwert und Standartabweichung mean\_tau\_lin= mean2(tau\_lin) std\_tau\_lin=std(tau\_lin)

```
mean_tau_exp=mean2(tau_exp)
std_tau_exp=std(tau_exp)
% Datenausgabe als Text File mit dem Namen Daten_Speicherung.txt
A=[tau_lin ; tau_exp];
B=[mean_tau_lin ; std_tau_lin];
C=[mean_tau_exp std_tau_exp];
Speichername=strcat('Daten-Speicherung_im Bereich',num2str(ProzentStart),'_bis_', num2str(Prozen
tEnde),'.txt');
fileID = fopen(Speichername, 'w');
fprintf(fileID,'%6s %12s\r\n','tau_lin','tau_exp');
fprintf(fileID,'%6.2f %6.2f\r\n',A);
fprintf(fileID, '%6s %12s\r\n', 'Mittelwert_lin', 'Standartwabweichung_lin');
fprintf(fileID,'%6.2f %6.2f\r\n',B);
fprintf(fileID,'%6s %12s\r\n','Mittelwert_exp','Standartwabweichung_exp');
fprintf(fileID,'%6.2f %6.2f\r\n',C);
fclose(fileID);
```

```
mean_tau_lin =
7.6708
std_tau_lin =
0.3531
mean_tau_exp =
6.7772
std_tau_exp =
```

0.9348

Published with MATLAB® R2014b