

DEUTSCHE DEMOKRATISCHE REPUBLIK



(12) Wirtschaftspatent

Teilweise bestätigt gemäß § 18 Absatz 1
Patentgesetz

PATENTSCHRIFT

(19) DD (11) 90 876 B1

4(51) G 02 B 5/28

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

(21)	WP G 02 B / 155 714 1	(22)	11.06.71	(45)	17.08.88
				(44)	20.06.72

(71) siehe (72)

(72) Rüdiger, Gundula, H. v. Eggelingstraße 10, Jena, 6900; Schmidt, Eberhard, Dr. Dipl.-Phys.; Schmidt, Margarete; Stade, Walter; Wittmann, Heidemarie, DD

(54) Verfahren zur Herstellung von Interferenzschicht-Spektralteilern

ISSN 0433-6461

5 Seiten

Patentansprüche:

1. Verfahren zur Herstellung von Interferenzschicht-Spektralteilern, bestehend aus mindestens zwei Mehrfachinterferenzschicht-Systemen, von denen jedes aus einander abwechselnden Schichten mit hohem und niedrigem Brechungsindex besteht und die je auf im Verhältnis zu den Interferenzschichten dicke Schichtträger aufgedampft sowie zwischen zwei Schichtträgern angeordnet sind, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Mehrfachinterferenzschicht-Systeme auf polykristalline absorptionsfreie Schichtträger mit unregelmäßiger Oberflächenstruktur aufgedampft und durch Verpressen miteinander verbunden werden und zwar so, daß jeweils ein System an die unbedampfte Trägerrückseite des folgenden Systems angrenzt.
2. Verfahren zur Herstellung von Interferenzschicht-Spektralteilern nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Verpressen der Mehrfachinterferenzschicht-Systeme in einem an sich bekannten, auf etwa $1,33 \cdot 10^2$ Pa evakuierten Preßwerkzeug bei einem Preßdruck von etwa 2000 kp/cm² erfolgt.
3. Verfahren zur Herstellung von Interferenzschicht-Spektralteilern nach Anspruch 1 und 2, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Preßwerkzeug während des Preßvorganges auf etwa 150 bis 300°C erhitzt wird.

Hierzu 1 Seite Zeichnung

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Interferenzschicht-Spektralteilern, die insbesondere für die Verwendung im ultravioletten Spektralbereich geeignet sind.

Charakteristik des bekannten Standes der Technik

Es ist bekannt, optische Interferenz-Filter durch das Aufbringen von interferenzfähigen absorptionsfreien Mehrfachschichtsystemen aus abwechselnd übereinanderliegenden hoch- und niedrigbrechenden, absorptionsfreien Schichtsubstanzen herzustellen, wobei der gewünschte Anwendungszweck Anzahl, Reihenfolgen, Brechzahlen und optische Schichtdicken der aufzubringenden Schichten bestimmt. Derartige absorptionsfreie Mehrfachschichtsysteme können als Lang-, Kurz- oder Bandpässe eingesetzt werden. Es ist ferner bekannt, daß die Mehrfachschichtsysteme solcher Interferenzfilter zum überwiegenden Teil durch Aufdampfen geeigneter Materialien im Hochvakuum erzeugt werden. Bedingt durch den zumeist komplizierten Aufbau der Interferenzschichtsysteme sind die gebräuchlichen Aufdampfverfahren mit einem erheblichen, vor allem meßtechnischen, Aufwand verbunden, damit die bei hohen Schichtzahlen schnell anwachsenden Genauigkeitsanforderungen an die optische Dicke und die Brechzahl der einzelnen Schicht eingehalten werden können. Das einfache und billige, aber recht ungenaue Verfahren der Mengenverdampfung wird daher kaum noch benutzt. Die Zahl der zur Verfügung stehenden geeigneten Aufdampfsubstanzen ist gering.

Besonders problematisch wird die Wahl der Schichtsubstanzen im mittleren Ultrarot ($\tau > 15 \mu\text{m}$) weil in diesem Bereich ein großer Mangel an absorptionsfreien, tiefbrechenden und zugleich wasserunlöslichen Materialien besteht. Bei Schichtsystemen mit großer Schichtzahl ergeben sich häufig zusätzliche Schwierigkeiten infolge des Auftretens von Schichtspannungen und zu geringen Haftsfestigkeiten, die zum Aufreißen bzw. Abplatzen der Systeme von der Schichtunterlage führen. Ein weiterer Mangel wird durch die bei großer Schichtzahl schnell anwachsende Porösität der zuletzt aufgedampften Schichten hervorgerufen, die einerseits zu starker — oft unerwünschter — Streuung führt und andererseits eine Verminderung der Brechzahl der zuletzt aufgedampften Schicht gegenüber der Brechzahl der ersten Schicht zur Folge hat, so daß die empfindlichen Schichtsysteme während des Aufdampfens häufig nachgestimmt werden müssen. Wegen der genannten Schwierigkeiten lassen sich oftmals theoretisch angebbare Schichtsysteme nicht realisieren. Um bestimmte Spektralcharakteristiken, z. B. breitbandige Sperr- oder Durchlaßbereiche zu erzeugen, ist es auch bekannt, mehrere Interferenzschichtsysteme (im folgenden Einzelsysteme genannt) so zusammenzustellen, daß jedem der Einzelsysteme nur eine Teifunktion zur Erzielung des gewünschten spektralen Verlaufs übertragen wird. Dadurch sollen die schon genannten durch große Schichtzahlen bedingten Schwierigkeiten vermieden werden. Die Verbindung der Einzelsysteme untereinander erfolgt dabei durch optische Kitte. Nun sind aber die bekannten optischen Kitte im mittleren und fernen Ultrarot stark absorbierend und deshalb für eine Verwendung in UR-Filtern nicht geeignet. Man muß daher diese Systeme an Luft angrenzen lassen und die damit oftmals verbundenen Nachteile, wie schädlicher Einfluß der Luftfeuchtigkeit usw., in Kauf nehmen. Es ist auch ein UR-Durchlaßfilter bekannt geworden, daß aus zwei Einzelschichtsystemen mit abwechselnd hoch- und niedrigbrechenden absorptionsfreien Schichten zusammengesetzt ist, wobei als niedrigbrechende Substanz Polyäthylen und als hochbrechende Substanz Polyäthylen mit Einlagerungen von Ge oder Si verwendet wird. Die Herstellung der einzelnen Hoch- und niedrigbrechenden Schichten erfolgt durch Auswalzen von Polyäthylenplatten auf vorherbestimmte Dicken in einem Rollensystem bei einer Temperatur von 120°C. Gleichzeitig mit dem Auswalzen erfolgt auch die Mischung des Polyäthylens mit Ge- oder Si-Pulver. Die auf diese Weise hergestellten Schichten werden in definierter Weise übereinander gelegt und durch einen Preßvorgang im Vakuum und bei erhöhter Temperatur miteinander und mit ihren Unterlagen fest verbunden. Gegenüber den schon erwähnten Aufdampfmethoden ist dieses

Herstellungsverfahren ziemlich umständlich und aufwendig, müssen doch die Folien auf optische Dicken von $\frac{T}{4}$ mit einer

Dickengenauigkeit von mindestens $\pm 3\%$ ausgewalzt werden. Störend ist ferner die geringe Temperaturfestigkeit der Kunststoffe, die einerseits zu unerwünschten Änderungen der Schichtdicken und andererseits zu schädlichen Spannungen innerhalb der Schichtsysteme infolge unterschiedlicher Ausdehnungskoeffizienten der Einzelschichten führen kann. Weiterhin ist es von Nachteil, daß die Einzelsysteme miteinander interferenzoptisch gekoppelt sind. Dadurch sind die Möglichkeiten der Auswahl bestimmter spektraler Filtercharakteristiken von vornherein eingeschränkt. Außerdem sind diese Filter infolge der durch die Ge- oder Si-Einlagerungen bedingten Streueffekte im Bereich unterhalb $40\mu\text{m}$ nicht verwendbar. Der Anwendungsbereich wird zusätzlich nochmals durch die im Bereich unterhalb $15\mu\text{m}$ einsetzende Eigenabsorption des Polyäthylen begrenzt. Schließlich ist es ein Mangel, daß die Durchlaßcharakteristik keine genügende Glättung aufweist. Dies resultiert aus der interferenzoptischen Kopplung der Systeme.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist es, ein Verfahren zur Herstellung von Interferenzschichten-Spektralteilern anzugeben, das eine serienmäßige Herstellung von Mehrfachschichtsystemen unter ökonomisch günstigen Bedingungen gestattet.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Die Aufgabe der Erfindung ist es daher, ein vereinfachtes Verfahren durch eine Kombination von an sich bekannten Verfahrensschritten zu erreichen, das die Vorteile der genannten Verfahren in sich vereinigt und deren Nachteile vermeidet. Entsprechend der Erfindung wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß die Mehrfachinterferenzschichtensysteme (Einzelsysteme) auf polykristalline absorptionsfreie Schichtträger mit unregelmäßiger Oberflächenstruktur aufgedampft und durch Verpressen miteinander verbunden werden und zwar so, daß jeweils ein System an die unbedampfte Trägerrückseite des folgenden angrenzt.

Das erfindungsgemäße Verfahren weist gegenüber den zum Stande der Technik gehörenden Herstellungsverfahren eine Reihe von Vorteilen auf:

Durch das direkte Verpressen der leicht herzstellenden Einzelsysteme entfällt die Notwendigkeit, durch optische Kitte eine Verbindung dieser Einzelsysteme vorzunehmen. Eine interferenzoptische Kopplung der Einzelsysteme wird durch das Aufdampfen der Schichten auf polykristalline Schichtträger mit unregelmäßiger Oberflächenstruktur vermieden. Ferner werden die beim Belüften der Schicht absorbierten Gase und Dämpfe, z. B. H_2O , CO_2 , O_2 , beim Vakuumpressen unter hoher Temperatur weitestgehend desorbiert, so daß die Schichtsysteme nahezu in einem ursprünglichen Zustand erhalten bleiben. Haftfestigkeits- und Spannungsprobleme stören ebenfalls nicht mehr, wird doch das Mehrschichtsystem durch die mitverpreßten Schichtträger gehalten. Schließlich weisen die erfindungsgemäßen Schichtsysteme eine geringe Lichtstreuung auf, weil die Schichtanzahl der Einzelsysteme gering ist. Die Abnahme der Streuung ist aber auch dadurch bedingt, daß die Schichten — selbst bei entsprechend gewähltem Preßdruck — zusammengedrückt werden. Ebenso ist ein „Nachstimmen“ der zuletzt aufgedampften porösen Schichten nicht notwendig, da diese stärker zusammengedrückt werden als die ersten, relativ kompakten Schichten. Diese Tatsache erleichtert die Kontrolle der Schichtdicken durch die Messung der verdampften Substanzmengen.

Ausführungsbeispiel

Das Verfahren gemäß der Erfindung soll an einem Ausführungsbeispiel näher erläutert werden:

Gefordert sei ein in der Figur dargestelltes Langpaßkantenfilter mit einer möglichst großen Durchlässigkeit im Bereich $\tau = 30\dots 40\mu\text{m}$ und einem sehr großen Reflexionsvermögen im Spektralbereich $\tau < 30\mu\text{m}$.

Als Schichtträger S wird eine KRS5-Scheibe mit einer mittleren Dicke von etwa $0,1\dots 0,2\text{ mm}$ benutzt, das sich durch Pressen von KRS5-Pulver in einer nicht dargestellten Preßvorrichtung (vgl. DDR-GM 8217, Gottfried Heintze), die beheizt und auf etwa $1,33 \cdot 10^2\text{ Pa}$ evakuiert wird, erzeugen läßt. Es muß dabei darauf geachtet werden, daß diese Scheiben eine rauhe, unregelmäßige Oberfläche aufweisen (in der Fig. stark überhöht dargestellt) und die Ober- und Unterseite zueinander nicht planparallel ist, damit die übereinander zu stapelnden Einzelsysteme keine interferenzoptische Kopplung aufweisen. Ein vorher errechnetes Interferenzschicht-System 1 aus sieben abwechselnd aufeinanderfolgenden Ge-Schichten a, b und KBr-Schichten c wird durch wechselweise Hochvakuum-Aufdampfung von Ge und KBr auf den Schichtträger S erzeugt. Die optischen Schichtdicken der

Schichten a und c betragen $\frac{T}{4}$, die der Schichten b $\frac{T}{8}$.

Die Schichten b dienen lediglich der vollständigen Glättung der spektralen Durchlaßkurve oberhalb der Kantenwellenlänge von etwa $30\mu\text{m}$. Die Herstellung der übrigen Einzelsysteme erfolgt in analoger Weise, nur müssen deren Schichtdicken so gewählt werden (z. B. durch unterschiedlichen, aber definierten und reproduzierbaren Abstand, Verdampfungsquelle-Aufdampfunterlage), daß die Kantenwellenlängen jeweils um Beträge nach kurzen Wellenlängen hin verschoben sind, die ein ganzzahliges Vielfaches der Sperrbreite des Schichtsystems 1 betragen. Nachdem man nun einen Satz von aufeinander abgestimmten Einzelsystemen 1...7 erzeugt hat, stapelt man diese so übereinander, daß jeweils ein System an die unbedampfte Trägerrückseite des folgenden Systems angrenzt. Das letzte freiliegende System erhält als Gegenstück eine unbedampfte Schichtträgerscheibe D aus KRS5. Somit ist jedes Schichtsystem zwischen zwei KRS5-Scheiben eingebettet. Der gesamte Satz wird wiederum in das obengenannte, auf $1,33 \cdot 10^2\text{ Pa}$ evakuierte und auf etwa 200° erhitzte Preßwerkzeug eingebracht und bei einem Preßdruck von etwa 2000 kp/cm^2 zu einer festen Einheit zusammengepreßt. Man erhält so ein sehr stabiles und klimafestes Ultrarot-Kantenfilter mit einem Sperrbereich, der sich über mehrere Oktaven erstreckt und dessen Durchlässigkeit weniger als $0,01\%$ ist.

Die Durchlässigkeit oberhalb der Kantenwellenlänge beträgt trotz der großen Schichtenzahl des Gesamtsystems mehr als 50%. Sie kann bei geeigneter Entspiegelung der KRS5-Außenflächen leicht auf 70% gebracht werden. Es ist auch zweckmäßig, zur Erhöhung der Steilheit der langwelligsten Kante das langwelligste System mehrmals hintereinander zu schalten. Selbstverständlich ist der Erfindungsgedanke nicht auf das Verfahren zur Herstellung eines UR-Kantenfilters entsprechend dem Ausführungsbeispiel beschränkt. Er kann in gleicher Weise zur Anfertigung von Interferenzschicht-Spektralteilern dienen, die ein anderes spektrales Verhalten aufweisen und die beispielsweise im nahen Ultrarot Anwendung finden. Man braucht lediglich geeignete Schichtkombinationen auswählen, die wiederum in der oben beschriebenen Weise so aufgedampft und zusammengefügt werden müssen, daß keine interferenzoptische Kopplung der Einzelsysteme stattfindet.

090876

-4-

