

OPTIK

Projektberichte

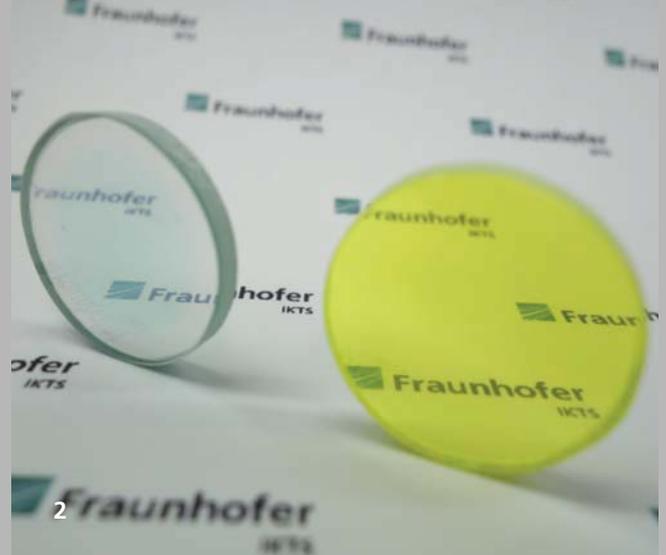
- 90 Optische Keramiken mit spezifisch eingestellter spektraler Transmission
- 92 Barrierschichten für die Verkapselung organischer Elektronik
- 93 Folien- und 3D-Dosimetrie für die Überwachung von Elektronenstrahlprozessen

Im Geschäftsfeld »Optik« bietet das Fraunhofer IKTS keramische Materialien, Komponenten und Systeme für Beleuchtung, Medizin- und Lasertechnik, optische Mess- und Diagnosesysteme sowie Schutzanwendungen.

Optische Technologien sind Innovations- und Wachstumstreiber. Dies gilt für die Beleuchtung, etwa bei ressourcenschonenden LEDs, aber auch für minimal-invasive medizinische Diagnosesysteme oder berührungslose Messgeräte. Das Fraunhofer IKTS transferiert wissenschaftliches Grundlagen-Know-how mit Hilfe von wettbewerbsfähigen Technologien in Produkte mit hoher Performance und Zuverlässigkeit. Diese Technologiekette beginnt beim Werkstoff und endet bei der Integration in komplexe Systeme.

Seit Jahren ist das Fraunhofer IKTS weltweit führend in der Herstellung von transparenten Keramiken mit besonders feinkristallinen Gefügen und äußerst guten mechanischen Parametern. Diese polykristallinen Keramiken haben eine derart hohe Qualität, dass sie für solche optischen oder photonischen Anwendungen einsetzbar sind, die eine hohe optische Homogenität und mechanische Belastbarkeit bei gleichzeitig minimalem Absorptions- und Streuverlust erfordern. Eine gezielte Dotierung oder Phasensynthese führt dagegen zu optisch aktiven Materialien wie beispielsweise Leuchtstoffen, bei denen eine hohe Quantenausbeute, thermische Stabilität des Farbraums oder lange Nachleuchtzeiten entscheidende Parameter darstellen. Führt man diese Technologien zusammen, entstehen am Fraunhofer IKTS aktive Optokeramiken mit einer homogenen Verteilung der Dotierstoffe in der keramischen oder polymeren Matrix. Diese Bauteile haben sowohl aktive und strahlformende als auch gute mechanische und thermische Eigenschaften und finden vielfältige Verwendung in der Optoelektronik. Von zunehmender Bedeutung für das Geschäftsfeld sind optische Systeme, die nicht auf Transmission, sondern auf Reflexion beruhen und als Hochleistungskomponenten in der Laser- und Weltraumtechnik eingesetzt werden.

Für die schnelle und kostengünstige Zustandsdiagnose von Materialien, Baugruppen sowie industriellen und biomedizinischen Prozessen bieten optisch basierte Verfahren ein besonderes Potenzial. Überall, wo berührungsfrei gemessen werden muss oder extreme Bedingungen vorherrschen, können optische Verfahren ihre Vorteile ausspielen. Am Fraunhofer IKTS werden etablierte und neue Methoden entwickelt und nach Anforderungen des Kunden als Gesamtsystem in den jeweiligen Prozess integriert. Neben Verfahren auf Basis der Licht-Materie-Wechselwirkung stellen optisch aktive Nanosensoren einen Schwerpunkt in der Entwicklung optischer Mess- und Diagnosesysteme dar.

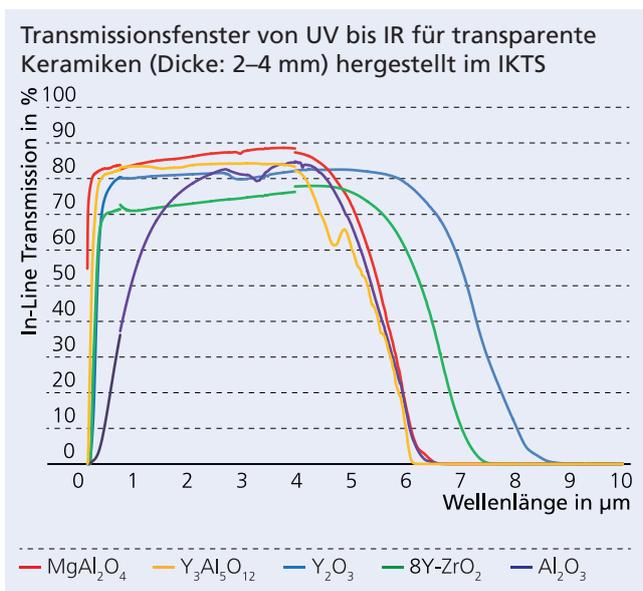


OPTIK

OPTISCHE KERAMIKEN MIT SPEZIFISCH EINGESTELLTER SPEKTRALER TRANSMISSION

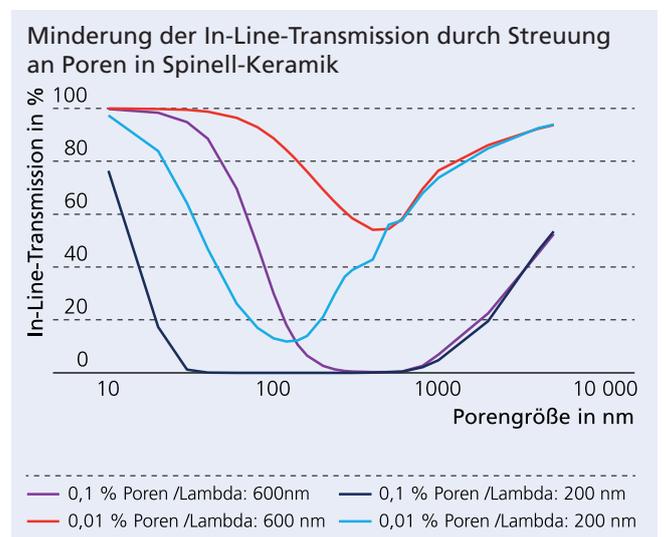
Dr. Jens Klimke, Dr. Andreas Krell

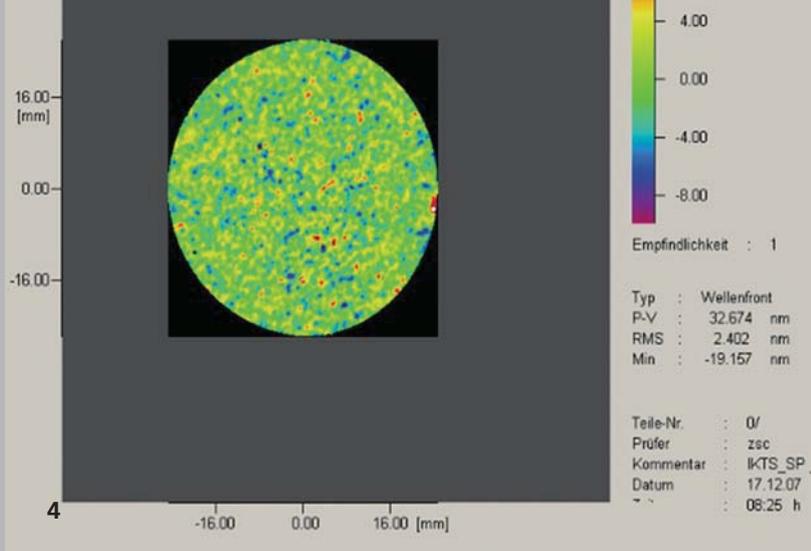
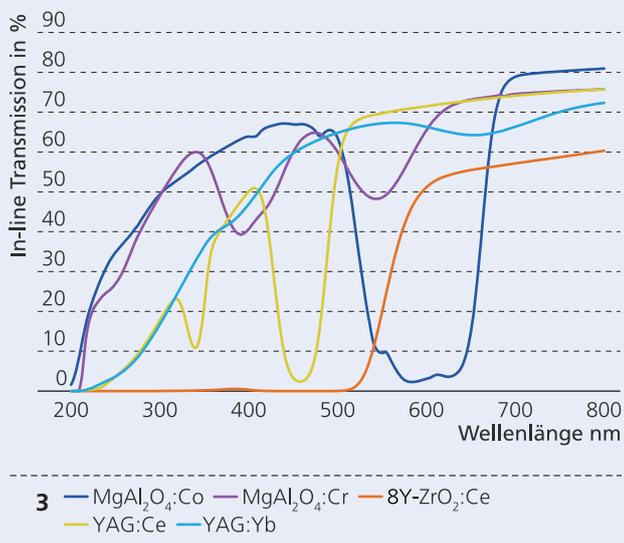
Die Lichtdurchlässigkeit an Festkörpern wird durch den atomaren Aufbau bestimmt und kann in Abhängigkeit von der Wellenlänge durch den komplexen Brechungsindex beschrieben werden. Der Realteil des Brechungsindex erfasst die Reflexion an der Oberfläche und der Imaginärteil die Absorption beim Durchtritt des Lichtsstrahls. Im Realkristall ist die Größe des Fensters des lichtdurchlässigen Bereichs zwischen den Absorptionskanten im kurzwelligen bzw. langwelligen Bereich des Spektrums durch die Defektpopulation sowie die Reinheit des Materials limitiert. Das nachstehende Diagramm zeigt Transmissionspektren einiger unterschiedlich transparenter Keramiken vom UV- bis IR-Bereich. Die transparenten Keramiken können ähnliche spektrale Transmissionen wie Einkristalle erreichen, weisen jedoch einige Besonderheiten auf, auf die im Folgenden eingegangen werden soll.



Aufgrund ihres polykristallinen Aufbaus wird die Transmission bei Keramiken durch Streuanteile an Poren und Fremdphasen

beeinflusst. Bei anisotropen Kristallsystemen (wie Korund und tetragonalem Zirkonoxid) sind zusätzliche Streuanteile durch die Richtungsabhängigkeit des Brechungsindex, die zu einer Aufspaltung des Lichtwegs an jedem einzelnen Kristallit führen, zu berücksichtigen. Um eine hinreichende Transparenz zu erzielen, müssen die Streuanteile minimiert werden. Dies gelingt durch defektvermeidende Herstellung der keramischen Grünkörper und durch Sinterverfahren, die nahezu vollständige Verdichtung zu porenfreien Keramiken ermöglichen. Die Transmissionsminderung durch Streuung ist am stärksten für Streuzentren, deren Durchmesser der Wellenlänge des Lichts entsprechen. Der Einfluss der Doppelbrechung kann daher durch Gefügekorngrößen kleiner als die Wellenlänge des Lichts verringert werden. Ebenso tragen kleine Porengrößen tendenziell weniger zur Lichtstreuung bei. Das nachstehende Diagramm zeigt eine Simulation der Transmissionsminderung durch Mie-Streuung an 0,1 % bzw. 0,01 % kugelförmigen Poren unterschiedlicher Größe in Spinellkeramik von 1 mm Dicke in Abhängigkeit des Porendurchmessers für die Wellenlängen 200 nm und 600 nm.





OPTIK

Mikrorisse wie sie z. B. beim Tempern an Luft erzeugt werden, wirken sich daher besonders im kurzwelligen Bereich des Spektrums aus. Einzelne größere Defekte > 20 µm mindern die Transparenz im Mittel nur wenig, werden jedoch visuell als störend empfunden und können für optische Anwendungen aufgrund der Abbildungsfehler nicht toleriert werden. Eine gezielte Beeinflussung der spektralen Transmission kann durch den Einbau von Dotierungen erfolgen. Durch spezifische Dotierungen realisierte Absorptionszustände sind die Basis für keramische Laserbauteile, optische Filter sowie keramische Szintillatoren für die Lichttechnik und Medizintechnik. Bild 1 zeigt transparente Spinellkeramiken (Dicke 3,9 mm) mit Kobaltdotierung (blau) bzw. Chromdotierung (rot) sowie eine ceriumdotierte 8Y-ZrO₂-Keramik (orange, Dicke 1,9 mm). Die Absorptionsbanden der Keramiken sind im UV-Vis-Spektrum (Bild 3) abgebildet. Bild 2 zeigt YAG-Keramiken (Dicke 2,7 mm), mit Ytterbium dotiert (hellblau) bzw. Cerium-dotiert (gelb). Die Absorptionsbande der Ceriumdotierung ist, wie das In-Line-Transmissionsspektrum (Bild 3) zeigt, gegenüber der ceriumdotierten 8Y-ZrO₂-Keramik zu kürzerer Wellenlänge verschoben. Beide Mechanismen, der Einbau von Absorptionszentren bzw. von Streuzentren eröffnen gegenüber den klassischen transparenten Materialien Glas, Einkristall und transparenten Kunststoffen Möglichkeiten, Materialien, mit neuen optischen Eigenschaften zu kreieren bzw. die im Vergleich zu Glas hervorragenden mechanischen und thermischen Eigenschaften der Keramiken mit neuen optischen Eigenschaften zu verbinden. Gegenüber Einkristallen bieten transparente Keramiken Vorteile durch den isotropen Aufbau des polykristallinen Gefüges, vereinfachte Herstellungsverfahren und neue Dotierungsmöglichkeiten z. B. in höheren Konzentrationen. Potentielle Anwendungen für transparente Keramiken sind z. B. mechanisch, thermisch oder chemisch stabile Fenster für ballistischen Schutz oder für thermisch bzw. chemisch beanspruchte Reaktoren sowie IR-transparente Domes. Die speziellen optischen Eigenschaften von Keramiken, wie hoher Brechungsindex und geringe Spannungsdoppelbrechung, machen Transparentkeramiken interessant für optische Linsensysteme.

Die Anforderungen an die optische Qualität der Keramiken stellen sich für die jeweiligen Anwendungsfälle unterschiedlich dar. Die folgende Tabelle definiert Entwicklungsziele hinsichtlich der Kriterien: Verlustfaktor k, In-Line-Transmission, optische Homogenität und Anzahl sichtbarer Defekte für die

Wellenlänge von 600 nm für die Anwendungsfelder keramische Fenster, optische Linsen aus Keramik und Laserkeramiken. Diese Parameter sind zum Teil hochambitioniert, weil sie letztlich auf der Aufgabe basieren, die perfekte, d. h. im Volumen vollständig defektfreie Keramik herzustellen. Die notwendigen Technologien müssen für jedes Kristallsystem und jede Dotierung, ausgehend von den keramischen Rohstoffen über Formgebung und Sinterung neu erarbeitet werden. Das IKTS stellt sich dieser Herausforderung seit nunmehr 15 Jahren erfolgreich, wie die gute optische Homogenität von IKTS-Spinellkeramik zeigt (siehe Bild 4, Messung Zeiss-SMT), die die Anforderungen an lasertaugliche Saphir-Einkristalle hinsichtlich der Homogenität übertrifft.

Optische Anforderungen unterschiedlicher Anwendungsfelder an transparente Keramiken

Anwendungsfeld	Verlustfaktor k In-line ~600 nm	In-line-Transmission ~600 nm, 4 mm Dicke	Optische Homogenität Δn	Anzahl sichtbarer Defekte >20 µm
Fenster	≤ 0,05 cm ⁻¹	> 0,95 T _{max}	-	<100/cm ³
Optische Linsen	< 0,01 cm ⁻¹	> 0,99 T _{max}	< 0,05 ppm	<10/cm ³
Laserkeramik	< 0,001 cm ⁻¹	> 0,999 T _{max}	0,01–1 ppm	~0

Für weitere Fortschritte ist die systematische Erforschung des Zusammenhangs zwischen Eigenschaften der keramischen Ausgangsstoffe und ihrem Verdichtungsverhalten, sowie zu den Sintermechanismen an Keramiken bei Dichten > 99,9 % der theoretischen Dichte erforderlich.

Danksagung

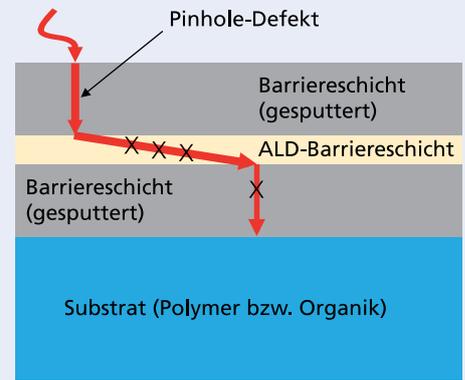
Teile der vorgestellten Arbeiten wurden unterstützt durch: King Abdulaziz City for Science and Technology (Riad, Saudi-Arabien), Schott AG (Mainz), Zeiss-SMT GmbH (Oberkochen)

- 1 *Dotierte MgAl₂O₄- und 8Y-ZrO₂-Keramiken mit spezifischer Absorption.*
- 2 *Dotierte YAG-Keramiken mit spezifischer Absorption.*
- 3 *In-Line-Transmissionsspektren der Keramiken aus Bild 1 und Bild 2.*
- 4 *Homogenitätsmessung an IKTS-Spinellkeramik.*



1

OPTIK



2

BARRIERESCHICHTEN FÜR DIE VERKAPSELUNG ORGANISCHER ELEKTRONIK

Dipl.-Phys. Mario Krug, Dr. Ingolf Endler

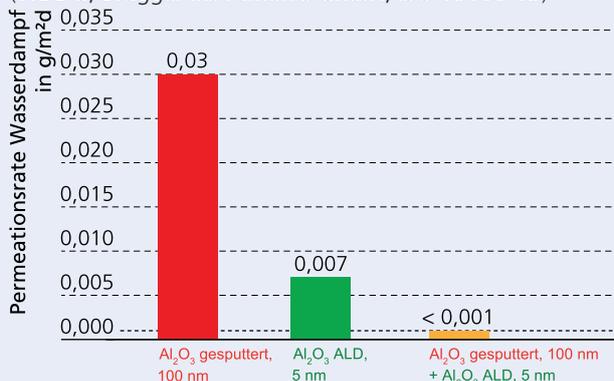
Organische Elektronik, wie organische Solarzellen oder OLEDs, basieren auf funktionellen Dünnschichten, welche empfindlich gegenüber Sauerstoff- und Feuchtigkeitseinwirkungen sind. Angestrebte Trägersubstrate für die organische Elektronik, wie z. B. Polymere, weisen oft eine sehr hohe Permeationsrate für Wasserdampf und Sauerstoff auf. Aus diesem Grund wird eine exzellente, dem Substrat angepasste, Verkapselung der organischen Elektronik benötigt. Diese muss die Permeationsrate von Sauerstoff auf weniger als $10^{-3} \text{ cm}^3(\text{m}\cdot\text{d}\cdot\text{bar})^{-1}$ und die von Wasserdampf auf weniger als $10^{-4} \text{ g}(\text{m}^2\text{d})^{-1}$ begrenzen. Bisher etablierte Verkapselungsverfahren verwenden z. B. einen Schichtstapel, bei dem eine mehrere Mikrometer dicke organische Zwischenschicht in zwei je ca. 100 nm dicke anorganische Barrierschichten eingebettet ist. Diese werden mit PVD-Verfahren im Vakuum aufgebracht, während die Zwischenschicht nasschemisch hergestellt wird. Dabei erweist sich die Vakuumunterbrechung in der Prozesskette als störend für die Entwicklung von integralen Verfahren für die Herstellung von Verkapselungssystemen. Das am IKTS zusammen mit dem Fraunhofer FEP entwickelte Verkapselungsverfahren kombiniert

anorganische Barrierschichten, welche über Magnetronspütern aufgebracht werden, mit einer über das Verfahren der Atomlagenabscheidung (ALD) abgeschiedenen dünnen Zwischenschicht. Diese dünne ALD-Zwischenschicht wird ebenfalls im Vakuum aufgebracht und überdeckt bzw. verschließt Defekte der darunter befindlichen Sputterschicht (Bild 2).

Ein Vergleich verschiedener Schichten (Diagramm links) verdeutlicht, dass eine nur 5 nm dicke ALD- Al_2O_3 -Schicht eine wesentlich bessere Barrierewirkung als eine gesputterte 100 nm Schicht erzielt. Die Kombination beider Schichten verbessert die Barrierewirkung signifikant, wobei die Nachweisgrenze für Wasserdampf von gebräuchlichen Barriermessgeräten unterschritten wird. Zur Einschätzung der Verkapselungsqualität wurde deshalb eine 20 nm ALD- Al_2O_3 -Schicht, eingebettet zwischen 2 je 100 nm gesputterten Al_2O_3 -Schichten, auf einem Kunststoff mittels optischen Kalziumtests untersucht. Die ermittelte Wasserdampfpermeation betrug dabei lediglich $6 \cdot 10^{-5} \text{ g}(\text{m}^2\text{d})^{-1}$ und ist vergleichbar mit anderen Verkapselungsverfahren. Die Verwendung von ALD-Barrierschichten eröffnet damit neue Möglichkeiten für die Einführung kontinuierlich arbeitender Herstellungsverfahren unter Vermeidung von Vakuumunterbrechungen. Diese Arbeiten zeigen, dass die sehr dünnen ALD-Schichten ein vielversprechender Baustein in integralen Verkapselungskonzepten für empfindliche organische Elektronik sind.

Wasserdampfpermeation verschiedener Barrierschichtsysteme

(WDDG, Brügger Instruments GmbH, ISO 15106-03)



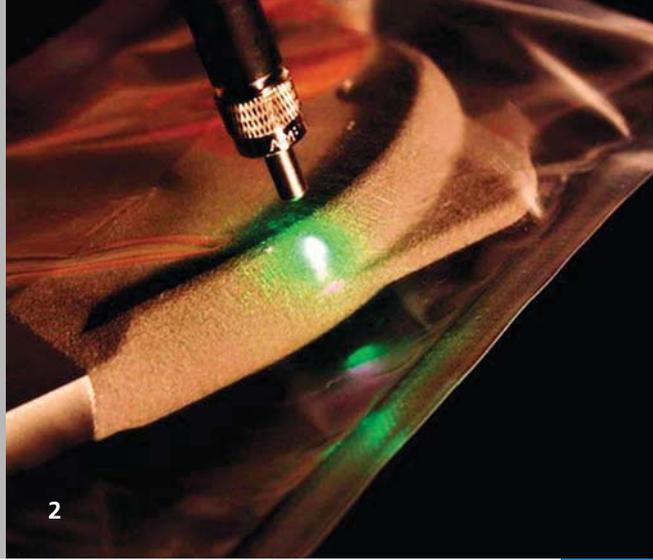
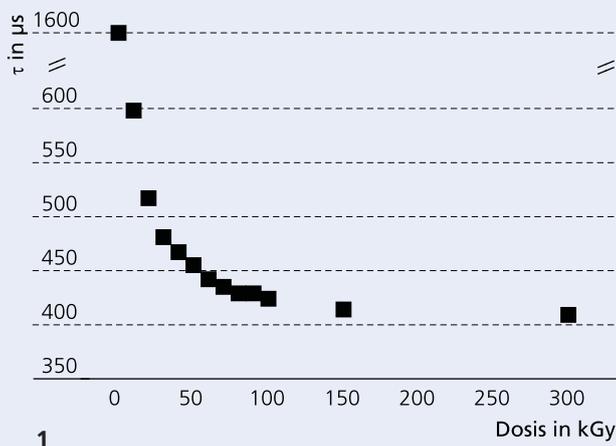
Substrat: PET, 75 μm

Leistungs- und Kooperationsangebot

- Herstellung und Untersuchung von Barrierschichten
- Entwicklung von ALD-Prozessen
- Musterbeschichtungen für die Produktentwicklung

1 ALD-Laborbeschichtungsanlage des IKTS.

2 Aufbau und Wirkungsmechanismus des neuen Barrierschichtsystems.



FOLIEN- UND 3D-DOSIMETRIE FÜR DIE ÜBERWACHUNG VON ELEKTRONENSTRAHLPROZESSEN

M. Sc. Manuela Reitzig, M. Sc. Jens Antons, Dr. Jörg Opitz, Dr. Christiane Schuster, Dr. Thomas Härtling

Die Sterilisation von Oberflächen mittels Elektronenstrahl im Niedrigenergie-Bereich (E beam) ist z. B. beim aseptischen Verpacken von Produkten wichtig. So können hochempfindliche Medizinprodukte, Oberflächen von Lebensmittelverpackungen, thermolabile Kunststoffe, sensitive Elektronik oder funktionale biologische Materialien sterilisiert werden. Bislang existiert jedoch keine In-situ-Methode, um eine erfolgreiche Elektronenstrahl-Sterilisation nachzuweisen, was die Qualitätssicherung sehr teuer macht.

Am Fraunhofer IKTS wurde ein Verfahren entwickelt, das den Erfolg der Sterilisation zuverlässig und orts aufgelöst prüft. Dafür werden pulverförmige anorganische Leuchtstoffe eingesetzt, die ihre optischen Eigenschaften im Zuge der Elektronenbestrahlung ändern. Diese Leuchtstoffe zeigen als Reaktion auf optische Anregung, z. B. durch Laserbestrahlung, eine ausgeprägte Lumineszenz. Besonders interessant sind dafür die sogenannten Aufwärtskonversionsmaterialien. In dieser Stoffklasse bewirkt das elektronische Zusammenspiel von Wirtskristallgitter und Dotierung, dass nach der Absorption zweier niederenergetischer Lichtquanten (Photonen) ein höherenergetisches Quant emittiert wird. Auf diese Weise wird Infrarotlicht (IR) im Kristallgitter in sichtbares Licht umgewandelt.

Die Nachleuchtzeit der keramischen Leuchtstoffe gibt Auskunft über die mittels Elektronenstrahl eingebrachte Strahlungsdosis. Bild 1 zeigt die optische Antwort nach Anregung der Pigmente mit einem kurzen Lichtpuls. Nach dem Energieeintrag durch den Sterilisationsprozess ist eine klare Reduktion der Lumineszenzlebensdauer τ zu beobachten, die in ihrer Ausprägung abhängig von Wirtsgitter und Dotierung ist. Mit zunehmend applizierter Strahlungsdosis reduziert sich die Lumineszenzlebensdauer weiter.

Indem die anorganischen Pigmente direkt in Verpackungsmaterialien (z. B. Kunststofffolien) integriert oder auf die Oberfläche von Testkörpern aufgebracht werden, ist eine Qualitäts-

kontrolle des Bestrahlungsvorgangs möglich. In der Entwicklungsarbeit zeigte sich, dass die physikalische Integration mittels Compoundierung aufgrund der Anwendungsnähe am besten geeignet ist.

Mit anorganischen Leuchtstoffen versetzte Folien werden am Fraunhofer IKTS als Dosimeterfolien für den Nachweis von Elektronen- und Gammastrahlung eingesetzt (Bild 2). Darüber hinaus ist auch die Beschichtung von dreidimensionalen Testkörperoberflächen mit den Pigmenten möglich. Dies ermöglicht beispielsweise die dosimetrische Untersuchung komplizierter Oberflächen, etwa Schraubgewinden an Lebensmittelverpackungen. Solche Oberflächen mit feinen Strukturen stellten für Dosismessstreifen bisher eine große Herausforderung dar.

Neben der hohen lateralen Dosisauflösung liegt ein großer Vorteil der anorganischen Pigmente im weiten Dynamikbereich der Reaktion auf die eingebrachte Dosis (bis > 100 kGy; höchste Empfindlichkeit bis 25 kGy). Außerdem kann die Abfrage der Lumineszenz sofort erfolgen, d. h. ohne weitere Aufbereitung der Dosimeterfolie oder der beschichteten Oberfläche. Damit kann das Verfahren direkt in situ in Bestrahlungsanlagen eingesetzt und zur Prozesssteuerung genutzt werden. In speziellen Fällen kann sogar lokal nachsterilisiert werden.

Im Hinblick auf stetig steigende Ansprüche an die Qualitätssicherung weisen anorganische Leuchtstoffe somit mehrere deutliche Vorteile gegenüber herkömmlichen Dosismessverfahren auf.

1 Abhängigkeit der Lumineszenzlebensdauer τ von der applizierten Strahlungsdosis.

2 Verpackungsmaterial mit integrierten anorganischen Pigmenten unter Infrarotanregung.