

Studiengang Nanotechnologie
mit dem Studienschwerpunkt Oberflächen und Mikrosystemtechnik

Masterarbeit

Weißlicht-Interferometrische Charakterisierung des Brechungs- und
Gruppenbrechungsindex von transparenten polykristallinen undotierten und
SrO-dotierten Spinellen (MgAl_2O_3)

zur Erlangung des Grades Master of Engineering eingereicht von

Josephin Bischoff

Seminargruppennummer: 212212/KVZ

Matrikelnummer: 38899

durchgeführt im

Fraunhofer-Institut für Werkstoff- und Strahltechnik – IWS

Anwendungszentrum für Optische Messtechnik und Oberflächentechnologien – AZOM

Zwickau

Gutachter

von der Westsächsischen Hochschule Zwickau

Prof. Dr. rer. nat. habil. Peter Hartmann

Betreuer

von dem Fraunhofer IWS

Anwendungszentrum für Optische Messtechnik und Oberflächentechnologien (AZOM)

M. Eng. Alexander Kabardiadi-Virkovski

Ausgabe am

17.11.2023

Abgabe am

17.05.2024



WHZ Westsächsische
Hochschule Zwickau
Hochschule für Mobilität



Fraunhofer
IWS

Autorenreferat

In den letzten Jahren ist die Nachfrage nach optischen Werkstoffen mit herausragenden mechanischen Eigenschaften für Anwendungen unter Extrembedingungen, wie beispielsweise in der Raumfahrt, stark angestiegen. Transparente polykristalline Keramiken sind demnach aufgrund ihrer im Vergleich zu herkömmlichen Werkstoffen wie Gläsern, Polymeren und Alkalihydriden besseren mechanischen Eigenschaften wie Langzeitzuverlässigkeit, höhere Schlagfestigkeit und gute Beständigkeit gegenüber extremen Umweltbedingungen (z.B. hohe Temperaturen) von großem Interesse. Zudem können sie meist ökonomischer und kosteneffizienter als einkristalline Werkstoffe hergestellt werden und bieten potenziell Vorteile in Bezug auf Dotierung und Formbarkeit während des Herstellungsprozesses. Transparenter polykristalliner Spinell (Magnesiumaluminat, $MgAl_2O_4$) stellt dabei einen besonders vielversprechenden Werkstoff dar, da er optisch isotrop ist, somit keine Doppelbrechungseffekte aufweist und als rein oxidischer Werkstoff unter sauerstoffhaltiger Atmosphäre hergestellt werden kann. Spinell wird des Weiteren in der Praxis schon für verschiedene Anwendungen wie als Fenster für UV-Lithografie, transparente Panzerung und Laserzündgeräte in Betracht gezogen. [1] [2]

Für den Einsatz als optisches Bauelement sind die optischen Eigenschaften eines Werkstoffes wie Reflektion, Transmission, Absorption und Streuung von hoher Relevanz. Diese Eigenschaften werden durch den komplexen Brechungsindex eines Materials charakterisiert. In der Vergangenheit haben sich bereits zahlreiche Wissenschaftler mit der Charakterisierung des Brechungsindex von Spinell beschäftigt. Dabei wurde festgestellt, dass der materialabhängige komplexe Brechungsindex von Spinell, einem Stoffgemisch aus MgO und Al_2O_3 , durch die Stöchiometrie der Ausgangsmaterialien und die Prozessierung der Keramik beeinflusst werden kann. [3]

In dieser Arbeit wurde die Brechungsindex- und Gruppenbrechungsindexcharakterisierung von undotierten und SrO -dotierten Spinellproben aus vier verschiedenen Spinellpulvern, die unterschiedlich prozessiert wurden, untersucht. Hierfür wurde ein Weißlicht-Interferometer-Messaufbau realisiert und die Interferenzmessdaten wurden mit Hilfe der Wrapped Phase Derivative Evaluation (WPDE-Methode) nach Ch. Taudt [4] ausgewertet. Die Ergebnisse zeigen, dass die Temperatur bei der Nachverdichtung der Keramiken mittels Heiß-Isostatischem-Pressen (HIP) einen signifikanten Einfluss auf den resultierenden Gruppenbrechungsindex hat. Des Weiteren konnte ermittelt werden, dass bei dem Zusetzen

einer geringen Menge eines Dotiermaterials dieses zwar homogen in einer Probe verteilt sein kann, es dennoch bei mikroskopischer Betrachtung zu Bereichen stärkerer und schwächerer Dotiermittelkonzentration kommt, was deutlich durch eine Variation des Gruppenbrechungsindex über verschiedene Probenbereiche nachgewiesen werden konnte. Weiterführend war eine eindeutige Bestimmung des Brechungsindex nicht möglich, da bei der Sellmeier-Approximation des Gruppenbrechungsindex die Komplexität des Approximationsmodells die der Messdaten überschritt, was dazu führte, dass die ermittelten Koeffizienten nicht die physikalische Aussagekraft besaßen, die man ihnen typischerweise zuschreibt.

Abstract

In recent years, the demand for optical materials with outstanding mechanical properties for use in extreme conditions, such as in aerospace applications, has significantly increased. Transparent polycrystalline ceramics are therefore of great interest due to their superior mechanical properties compared to conventional materials such as glasses, polymers, and alkali hydrides, including long-term reliability, higher impact resistance, and good resistance to extreme environmental conditions (e.g., high temperatures). Additionally, they can often be manufactured more economically and cost-effectively than single-crystal materials and potentially offer advantages in terms of doping and formability during the manufacturing process. Transparent polycrystalline spinel (magnesium aluminate, MgAl_2O_4) is a particularly promising material as it is optically isotropic, thereby exhibiting no birefringence effects, and can be produced as a purely oxidic material under oxygen-rich atmosphere. Spinel is also already considered for various applications such as windows for UV lithography, transparent armour, and laser ignition devices. [1] [2]

For use as an optical component, the optical properties of a material, such as reflection, transmission, absorption, and scattering, are highly relevant. These properties are characterized by the complex refractive index of a material. In the past, numerous scientists have investigated the characterization of the refractive index of spinel. It has been found that the material-dependent complex refractive index of spinel, a mixture of MgO and Al_2O_3 , can be influenced by the stoichiometry of the starting materials and the processing of the ceramic. [3]

This work focused on the characterization of the refractive index and group refractive index of undoped and SrO-doped spinel samples made from four different spinel powders processed in various ways. For this purpose, a white-light interferometer setup was implemented, and the interference measurement data were analysed using the Wrapped Phase Derivative Evaluation (WPDE method) according to Ch. Taudt [4]. The results indicate that the temperature during the densification of the ceramics using Hot Isostatic Pressing (HIP) has a significant impact on the resulting group refractive index. Furthermore, it was determined that the addition of a small amount of dopant material can result in homogeneous distribution within a sample on macroscopic level, but microscopic examination reveals areas of stronger and weaker dopant concentration, as evidenced by variation in the group refractive index across different sample regions. Furthermore, a definitive determination of the refractive index was not possible, as the complexity of the Sellmeier approximation of the group refractive index exceeded that of the

measurement data, resulting in coefficients that lacked the typical physical significance attributed to them.

Danksagung

Besonderer Dank gilt meinen Betreuern Herrn Prof. Dr. P. Hartmann von der Westsächsischen Hochschule Zwickau und Herrn A. Karbadiadi-Virkovski vom Fraunhofer IWS, sowie Frau Dr.-Ing. Stefanie Hildebrand vom Fraunhofer IKTS, der gesamten Arbeitsgruppe Oberflächenmesstechnik und dem Fraunhofer AZOM für die Unterstützung bei der Anfertigung meiner Masterarbeit.

Des Weiteren möchte ich meinen Dank gegenüber meiner Familie aussprechen, welche mich finanziell und moralisch während meines Studiums unterstützten.

Außerdem bedanke ich mich bei der Open Source Community und im Speziellen bei den Entwicklern der Python-Sprache und der Numpy, Scipy und Matplotlib Bibliotheken, da ich diese intensiv für die Auswertung meiner Messdaten verwendet habe.

I. Inhaltsverzeichnis

Autorenreferat.....	II
Abstract.....	IV
Danksagung	VI
I. Inhaltsverzeichnis	VII
II. Abbildungsverzeichnis	IX
III. Tabellenverzeichnis	XIII
IV. Abkürzungsverzeichnis	XIV
1. Einleitung	1
2. Grundlagen zur Untersuchung optischer Eigenschaften transparenter Keramiken.....	4
2.1. Definition Keramik.....	4
2.1.1. Transparente Keramiken.....	5
2.1.2. Der Spinell.....	11
2.2. Optische Eigenschaften von Spinell.....	13
2.2.1. Der komplexe Brechungsindex von Spinell	13
2.2.2. Absorption in polykristallinem Spinell	15
2.2.3. Reflexion und Transmission in polykristallinen Keramiken.....	17
2.2.4. Der Gruppenbrechungsindex.....	19
2.2.5. Die optische Homogenität	20
2.3. Weißlicht-Interferometrische Brechungsindexbestimmung.....	21
2.3.1. Interferenz für Zwei-Strahl-Interferometer	21
2.3.2. Wrapped Phase Derivative Evaluation (WPDE-Algorithmus)	25
3. Interferometrische Brechungsindexbestimmung mit WPDE	29
3.1. Anwendung WPDE-Algorithmus auf Simulationsdaten.....	29
3.1.1. Brechungsindexbestimmung aus idealen simulierten Daten für N-BK7 Glas ..	32
3.1.2. Brechungsindexbestimmung aus idealen simulierten Daten für Spinell.....	35
3.1.3. Rauschresistenz des Algorithmus.....	37

3.2.	Messaufbau	41
3.2.1.	Mach-Zehnder-Interferometer	41
3.2.2.	Vorbetrachtung zu dem algebraischen Modell zum Messaufbau.....	43
3.3.	Kalibrierung des Messaufbaus	46
4.	Ergebnisse und Diskussion	48
4.1.	Allgemeine Vorbetrachtungen.....	48
4.1.1.	Vorbereitung der aufgenommenen Messdaten für die Auswertung.....	48
4.1.2.	Bestimmung der tatsächlichen optischen Wegdifferenz	53
4.2.	Bestimmung von $n_g(\lambda, y)$ und $\mathbf{n}(\lambda)$ für N-BK7 Glas.....	56
4.3.	Untersuchungen an Spinell.....	60
4.3.1.	Undotierter Spinell	63
4.3.2.	SrO-dotierter Spinell	68
5.	Fazit und Ausblick.....	72
V.	Literaturverzeichnis	74
Anhang	79
A.	Herleitung Interferenzfunktion Mach-Zehnder-Interferometer.....	79
B.	Herleitung Phasenterm Mach-Zehnder-Interferometer	81
C.	Ableitung Sellmeierfunktion Gruppen- und Brechungsindex.....	84
C.1.	Ableitung des Brechungsindex für N-BK7 Glas:.....	84
C.2.	Ableitung des Brechungsindex für Spinell:.....	86
D.	Kalibrierung des Messaufbaus	88
D.1.	Korrektur der sphärischen und chromatischen Aberration	88
D.2.	Wellenlängen zu Pixel Zuordnung.....	90
E.	Spinell-Probenliste	93
F.	Inhalt der CD	94
Eigenständigkeitserklärung	95

II. Abbildungsverzeichnis

Abb. 1-1: Übersicht über die verschiedenen Anwendungsgebiete für transparenten polykristallinen Spinell [5]	2
Abb. 2-1: Mögliche Streuzentren in Keramiken	6
Abb. 2-2: Transmission durch eine polykristalline Keramik mit Reflexions-, Absorptions- und Streuungsmechanismen in der Keramik	7
Abb. 2-3: a) Einfluss der Porengröße auf die relative In-Line Transmission; b) Al ₂ O ₃ -Proben mit gleicher Korngröße und unterschiedlicher Transparenz aufgrund unterschiedlicher Restporosität	8
Abb. 2-4: Lichttransmission durch ein a) transluzentes Medium mit vorwiegend diffuser Transmission und b) ein transparentes Medium mit vorwiegend In-Line-Transmission.	9
Abb. 2-5: Vergleich Transmission in voll- und teil-transparenten Keramiken bei a) kleiner Distanz zwischen Keramik und betrachtetem Objekt (farbige Linien auf Papier) und b) große Distanz zwischen Keramik und betrachten Objekt (Baum)	9
Abb. 2-6: a) Kubische Elementarzelle von Spinell (MgAl ₂ O ₄) mit acht alternierenden Untereinheiten mit tetraedrischem Magnesium (blau) und oktaedrischem Aluminium (grün); b) Phasendiagramm des MgO-Al ₂ O ₃ -Systems	12
Abb. 2-7: Transmissionsspektren ausgewählter transparenter Keramiken mit Hauptbezug auf Spinell.....	13
Abb. 2-8: Vergleich einer optisch homogenen Linse (links) und einer optisch inhomogenen GRIN-Linse mit deterministischem Brechungsindexprofil (rechts)	21
Abb. 2-9: Schematische Darstellung des Youngschen Doppelspaltversuchs	22
Abb. 2-10: Schematische Darstellung eines Michelson-Interferometeraufbaus	25
Abb. 2-11: Simuliertes Interferenzsignal für N-BK7 Glas mit $\lambda_{\text{aq}} = 0,6 \mu\text{m}$ für I) $d = 1 \text{ mm}$, II) $d = 3 \text{ mm}$ und III) $d = 5 \text{ mm}$ auf dem Intervall $[0;1]$	26
Abb. 3-1: Simulation des Interferenzsignals für die Konfigurationen DE (N-BK7) und DE+PR (N-BK7+Spinell) mit Normierung auf den Bereich $[0;1]$	30
Abb. 3-2: Verpacktes Phasensignal des simulierten Interferenzsignal für Spinell.....	31
Abb. 3-3: Flussdiagramm zur Ermittlung des Gruppenbrechungsindex aus einem Interferenzsignal mit dem WPDE-Algorithmus	32
Abb. 3-4: a) Gegenüberstellung des aus der Simulation (Abb.3-1) mit dem WPDE-Algorithmus ermittelten Gruppenbrechungsindex für N-BK7 Glas (grün), dessen Sellmeier-Approximation	

(blau) mit dem theoretischen Gruppenbrechungsindex für N-BK7 Glas aus Literaturdaten (orange) im BVI; b) Abweichung der $n_g^{DE}(\lambda)$ – Approximationskurve von dem theoretischen $n_g^{DE}(\lambda)$ im BVI	33
Abb. 3-5: a) Vergleich Sellmeier-Approximation aus WPDE mit theoretischem Brechungsindex für N-BK7 Glas [47]; b) Abweichung der Sellmeier-Approximationskurve nach (3.1) von der Theorie für N-BK7 Glas [47]	34
Abb. 3-6: a) Gegenüberstellung des aus der Simulation (Abb.3-1) mit dem WPDE-Algorithmus ermittelten Gruppenbrechungsindex für Spinell (grün), dessen Sellmeier-Approximation (blau) mit dem theoretischen Gruppenbrechungsindex für Spinell aus Literaturdaten (orange) im BVI; b) Abweichung des $n_g^{PR}(\lambda)$ – Approximationskurve von theoretischer Erwartung im BVI... 36	36
Abb. 3-7: a) Vergleich Sellmeier-Approximation aus WPDE mit theoretischem Brechungsindex für Spinell; b) Abweichung der Sellmeier-Approximationskurve nach (3.2) von der Theorie für Spinell.....	36
Abb. 3-8: a) Simulation eines Interferenzsignals für N-BK7 Glas mit geringem weißem Rauschen; b) erste Ableitung des Interferenzsignals aus a) im BVI (blau) und Glättung dieses Signals mittels eines Savitzky-Golay-Filters (orange)	38
Abb. 3-9: a) Aus WPDE-Algorithmus berechneter Gruppenbrechungsindex von N-BK7 Glas für 1000 simulierten Interferenzspektren; b) Sellmeier-Approximation von $n_g(\lambda)$ gemäß Relation (3.5) der simulierten Spektren im Vergleich zur Literatur; c) relative Abweichung des ermittelten Gruppenbrechungsindex und dessen Sellmeier-Approximation gemäß Relation (3.5) für ein stellvertretendes simuliertes Spektrum aus a) von der Literatur; d) Sellmeier-Approximation von $n_g(\lambda)$ gemäß Relation (3.5) der simulierten Spektren im Vergleich zur Literatur für einen erweiterten Wellenlängenbereich für ein stellvertretendes simuliertes Spektrum aus 3-9 von der Literatur	39
Abb. 3-10: a) Brechungsindex von N-BK7 Glas für 1000 Spektren (blau) und der Mittelwert über diese Spektren (rot) ermittelt aus der Sellmeierapproximation des Gruppenbrechungsindex gemäß Relation (2.6) aus simulierten Daten mit weißem Rauschen (I -25,2 dB) im Vergleich mit der Literatur; b) relative Abweichung des mittleren Brechungsindex von Literaturdaten	41
Abb. 3-11: Schematische Darstellung des Messaufbaus	42
Abb. 3-12: Flussdiagramm zur Veranschaulichung der praktischen Ermittlung von δ_{PR}	46
Abb. 4-1: a) gemessenes Interferenzbild für N-BK7 Glas mit $d = 4,13$ mm; b) nach Kapitel 3.3. und Relation (3.10) korrigierter $\cos(\varphi\lambda)$ des Interferenzbildes in Falschfarben	49

Abb. 4-2: a) Ein stellvertretendes Interferenzspektrum $I(\lambda, y)$ aus dem nach 3.3. korrigierten Interferenzmessbild für N-BK7 Glas mit $d = 4,13$ mm; b) nach (4.1) auf $[-1:1]$ normierte Interferenzspektren in Bezug auf den BVI, Bereiche außerhalb des BVI (rot markiert) wurden dabei nicht beachtet; c) zweidimensionale Darstellung aller Interferenzspektren $I(\lambda, y)$ aus dem Interferenzmessbild für N-BK7 Glas mit $d = 4,13$ mm ohne Normierung; d) zweidimensionale Darstellung aller Interferenzspektren $I(\lambda, y)$ aus dem Interferenzmessbild für N-BK7 Glas mit $d = 4,13$ mm nach der Normierung.	51
Abb. 4-3: Flussdiagramm zum Ablauf der Normierung der Messdaten.....	52
Abb. 4-4: gemessenes Interferenzspektrum von N-BK7 Glas mit $d = 4,13$ mm und simuliertes Interferenzsignal für N-BK7 Glas mit angepassten Parametern für Dicke d und optische Wegdifferenz δ mit festem Startwert (orange) und über BFM ermittelt (blau) für a) einen Wellenlängenbereich von $[540:650]$ nm; b) einen Wellenlängenbereich von $[555:585]$ nm ..	54
Abb. 4-5: Flussdiagramm zur Beschreibung der Bestimmung der optischen Wegdifferenz ..	55
Abb. 4-6: Mit WPDE-Algorithmus ermittelter $n_g(\lambda, y)$ einer N-BK7-Probe mit $d = 4,13$ mm im Vergleich mit $n_g(\lambda)$ aus der Literatur.....	57
Abb. 4-7: aus Sellmeier-Approximation ermittelter $n(\lambda, y)$ (blau), mittlerer Brechungsindex $n(\lambda)$ (rot) im Vergleich mit der Literatur (grün).....	58
Abb. 4-8: Häufigkeitsverteilung der $n(\lambda, y)$ aus der Sellmeier-Approximation mit Mittelwert (Punkt) und korrespondierenden Literaturwerten (Kreuz)	59
Abb. 4-9: Schematische Darstellung der Anordnung der Messpunkte auf den zwei verschiedenen Probengeometrien der Spinellproben	60
Abb. 4-10: Flussdiagramm zur Auswahl der Proben für die Brechungsindexbestimmung	62
Abb. 4-11: Übersicht über die mit dem WPDE-Algorithmus ermittelten $n_g(\lambda)$ der ausgewählten undotierten Spinellproben	64
Abb. 4-12: mittlerer Brechungsindex der ausgewählten undotierten Spinellproben für verschiedene Positionen auf den Proben. Linien der gleichen Farbe gehören zu derselben Probe und gleiche Marker entsprechen dem gleichen Messpunkt auf der Probe	66
Abb. 4-13: $n_g(\lambda, y)$ der Probe 12 am Messpunkt 2, mit Mittelwert (hellgrün) und Fehlerbalken	67
Abb. 4-14: a) gemittelter $n_g(\lambda)$ mit Sellmeier-Approximationskurven und b) Standardabweichung der $n_g(\lambda, y)$ von einander für drei Messpunkte auf der Probe 12	68
Abb. 4-15: gemittelter Brechungsindex für drei Messpunkte auf der Probe 12 im Vergleich mit Literaturwerten	68

Abb. 4-16: Übersicht über die mit dem WPDE-Algorithmus ermittelten Gruppenbrechungsindex der ausgewählten SrO-dotierten Spinellproben.....	70
Abb. 4-17: mittlerer Brechungsindex der ausgewählten SrO-dotierten Spinellproben	70
Abb. 4-18: a) mittlere Gruppenbrechungsindexe und Sellmeierapproximationskurven für Probe 3 für alle 5 Messpunkte und b) mittlere Brechungsindexe für Probe 3 für alle 5 Messpunkte im Vergleich mit dem Brechungsindex von undotiertem Spinell aus der Literatur	71
Abb. D-1: a) "räumliches" Kalibrierbild mit Skaleneinteilung in Form von horizontalen Linien; b) spektrales Kalibrierbild mit vertikalen Spektrallinien einer Halogen-Spektrallampe; c) Überlagerung des räumlichen und spektralen Kalibrierbildes	89
Abb. D-2: a) räumlich-spektrales Kalibrierbild (D-1 c)) mit überlagerten Korrekturgitter mit markierten Spektrallinien (rot) und markierten räumlichen Linien (grün), b) korrigiertes Kalibrierbild für spektrale Kalibrierung	90
Abb. D-3: Intensitätsspektrum der Halogen-Spektrallampe mit markierten Peaks entsprechend Tabelle D-1	91
Abb. D-4: Korrigiertes spektrales Kalibrierbild mit markierten Spektrallinien	92
Abb. D-5: Approximationsfunktion und Stützwellenlängen zur Wellenlängen-Pixel Zuordnung	92

III. Tabellenverzeichnis

Tabelle 2-1: Repräsentative transparente Oxidkeramiken + deren wesentliche physikalische Eigenschaften.....	10
Tabelle 3-1: Probenparameter für Simulation des Interferenzsignals	29
Tabelle 3-2: Sellmeierkoeffizienten für N-BK7 Glas und stöchiometrischen Spinell für deren wellenlängenabhängigen Brechungsindex	30
Tabelle 4-1: Mit Brute-Force-Methode ermittelte Parameter für die tatsächliche optische Wegdifferenz und tatsächliche Dicke im Objektarm der N-BK7 Probe im Vergleich mit den messtechnisch ermittelten Ausgangswerten	56
Tabelle 4-2: Ermittelte Sellmeierkoeffizienten für $n(\lambda)$ von N-BK7 Glas im Vergleich mit den Sellmeierkoeffizienten für N-BK7 Glas aus der Literatur.....	59
Tabelle 4-3: Ausgewählte undotierte Spinellproben	63
Tabelle 4-4: Steigung des annähernd linear verlaufenden Gruppenbrechungsindex im BVI für die undotierten Spinellproben im Vergleich mit der Literatur.....	64
Tabelle 4-5: Ausgewählte SrO-dotierte Spinellproben.....	68
Tabelle D-1: Wellenlängenzuordnung zu Halogen-Spektrallampenspektrum für ausgewählte Peaks.....	91
Tabelle E-1: Liste der untersuchten Spinellproben des Fraunhofer IKTS mit relevanten Eigenschaften.....	93

IV. Abkürzungsverzeichnis

Kapitel 1.

Al_2O_3	...	Aluminiumoxid/ Saphir
$^{\circ}\text{C}$...	Grad Celsius
IR	...	Infrarot
MgAl_2O_4	...	Magnesiumaluminat/ Spinell
PZN-PT	...	Blei-Zink-Niobat-Blei-Titanat ($\text{PbZn}_{1/3}\text{Nb}_{2/3}\text{O}_3$ - PbTiO_3)
RIT	...	Reale-Inline-Transmission
UV	...	ultraviolett
YAG/ $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$...	Yttrium-Aluminium-Granat

Kapitel 2.

Kapitel 2.1.

Kapitel 2.1.1.

$3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$...	Mullit
%	...	Prozent
$^{\circ}$...	Grad
a	...	Gitterkonstante – Länge einer Kante der Elementarzelle
A	...	im Medium absorbierte Anteile von I_0
Å	...	Ångström (entspricht (1/10 Mio.) mm)
b	...	Gitterkonstante – Länge einer Kante der Elementarzelle
β	...	Gitterkonstante – Winkel zwischen Gittervektoren b und c
c	...	Gitterkonstante – Länge einer Kante der Elementarzelle
g/mol	...	Gramm pro Mol
I_0	...	einfallendes Licht
I_{DT}	...	Intensität des diffus transmittierten Lichtes
I_{ILT}	...	Intensität des In-Line transmittierten Lichtes (RIT)

I_T	... Intensität des gesamten transmittierten Lichtes
Lu_2O_3	... Lutetiumoxid
MgO	... Magnesiumoxid
R	... im Medium reflektierte Anteile von I_0
R_D	... diffuse Reflexion (Anteil von R_T)
Ref.	... Referenz
RIT	... Reale-Inline-Transmission
R_S	... spiegelnde Reflexion (Anteil von R_T)
R_T	... gesamte reflektierte Anteile von I_0
S	... im Medium gestreute Anteile von I_0
Sc_2O_3	... Scandiumoxid
T	... im Medium transmittierte Anteile von I_0
T_{th}	... theoretisch maximal mögliche Transmission
TSdp	... Siedetemperatur
TSmp	... Schmelztemperatur
Y_2O_3	... Yttriumoxid
ZrO_2	... Zirkoniumdioxid

Kapitel 2.1.2.

$\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$... Aluminiumoxid (Korund)
A	... Platzhalter für ein divalentes Atom
ALON	... Aluminiumoxynitrid
Al^{3+}	... Aluminium-Ion
B	... Platzhalter für ein trivalentes Atom
E-Modul	... Elastizitätsmodul
$\text{Fe(II)Fe(III)}_3\text{O}_4$... Magnetit
Fe^{2+}	... Eisen-(II)-Ion
Fe^{3+}	... Eisen-(III)-Ion
FeCr_2O_4	... Chromit
Fd3m	... kubisches Kristallgitter mit flächenzentrierten Atomen in einer speziellen Anordnung und spiegelsymmetrischen Eigenschaften
GPa	... Gigapascal

O	... Sauerstoff
Mg ²⁺	... Magnesium-Ion
MgFe ₂ O ₄	... Ferrit
Mn ²⁺	... Mangan-Ion
MgO-xAl ₂ O ₃	... allgemeine chemische Formel für Spinell
nm	... Nanometer
nm·cm ⁻¹	... Nanometer pro Zentimeter
O ²⁻	... Sauerstoff-Ion
TEM	... Elektronenmikroskopie
x	... Stöchiometrie-Parameter
XRD	... Röntgenbeugung
Zn ²⁺	... Zink-Ion
ZnFe ₂ O ₄	... Franklinit
ZnAl ₂ O ₄	... Gahnit

Kapitel 2.2.

Kapitel 2.2.1.

c	... Lichtgeschwindigkeit im Vakuum
c _{ph}	... Phasengeschwindigkeit von elektromagnetischen Wellen im Medium
ε ₀	... elektrische Feldkonstante – Permittivität des Vakuums
ε _r	... relative Permittivität
K	... Extinktionskoeffizient (Imaginärteil des komplexen Brechungsindex)
μ ₀	... magnetische Feldkonstante – Permeabilität des Vakuums
μ _r	... Permeabilitätszahl – relative Permeabilität
n	... Brechungsindex (Realteil des komplexen Brechungsindex)
ñ	... komplexer Brechungsindex
v	... Frequenz

Kapitel 2.2.2.

α	... Absorptionskoeffizient
α ₀	... Materialparameter

d	... Materialdicke
E_0	... Materialparameter
E_U	... Urbachenergie
eV	... Elektronenvolt
h	... plancksches Wirkungsquantum
$I(d)$... Lichtintensität des transmittierten Lichtes bei $d=I_T$
λ	... Wellenlänge
π	... Kreiszahl/ Archimedes-Konstante
ω	... Kreisfrequenz des Lichtes

Kapitel 2.2.3.

C_{Sq}	... Streuquerschnitt
Δn	... Brechungsindexdifferenz für ordentlichen und außerordentlichen Strahl
γ	... totaler Streukoeffizient
γ_{KG}	... Streukoeffizient für Korngrenzen
γ_{Pore}	... Streukoeffizient für Poren
λ_0	... Wellenlänge im Vakuum
λ_m	... Wellenlänge im Medium
μm	... Mikrometer
N	... Kugeldichte
r	... halbe Gefügekorngröße (Radius der Körner)
R_1	... Oberflächenreflexion
R_2	... Reflexionsverlust

Kapitel 2.2.4. und 2.2.5.

Δn	... räumliche Brechungsindexveränderung im Medium
Δs	... Wellenfrontveränderung
GRIN	... abgestufter Brechungsindex (engl. Graded-Index)
n_g	... Gruppenbrechungsindex
v_g	... Gruppengeschwindigkeit

Kapitel 2.3.

Kapitel 2.3.1.

abb. Spekt.	... abbildendes Spektrometer
α	... halber Öffnungswinkel
b	... Abstand zwischen zwei Punkten im Raum
δ	... optische Wegdifferenz
d_{DE}	... Dicke eines dispersiven Elements
d_{PR}	... Dicke eines weiteren dispersiven Elements (Probe)
DE	... dispersives Element
Δs	... Gangunterschied der Wellen
$\Delta\varphi$... Phasendifferenz
E	... resultierendes elektrisches Feld
E_{01}	... Maximalamplitude des elektrischen Feldes der ersten em. Welle
E_{02}	... Maximalamplitude des elektrischen Feldes der zweiten em. Welle
E_1	... resultierendes elektrisches Feld der ersten em. Welle
$E_1(\lambda, z)$... el. Feld der ersten Welle in Abhängigkeit von Wellenlänge und Ort
E_2	... resultierendes elektrisches Feld der zweiten em. Welle
$E_2(\lambda, z+\delta)$... el. Feld der zweiten Welle in Abhängigkeit von Wellenlänge und Ort
em.	... elektromagnetisch
E_{Out}	... Amplitude der Superposition der elektrischen Felder der interferierenden Wellen
et al.	... und andere
$\gamma(\lambda)$... spektraler Kontrast an den Interferenzrändern
\bar{I}	... zeitgemittelte Intensität
$I(\lambda)$... zeitgemittelte wellenlängenabhängige Intensität
$I_0(\lambda)$... spektrale wellenlängenabhängige Intensität der Lichtquelle
k	... Wellenzahl
LED	... Leuchtdiode (engl. light-emitting diode)
LS	... abbildendes Linsensystem
$n_{DE}(\lambda)$... Brechungsindex eines dispersiven Elements
n_{Luft}	... Brechungsindex von Luft

$n_{PR}(\lambda)$... Brechungsindex eines weiteren dispersiven Elements (Probe)
ns	... Nanosekunde
PR	... Probe
$\varphi(\lambda)$... Phase des Interferenzsignals mit optischer Wegdifferenz zur ersten Welle
REF	... Referenzspiegel
SP	... Spiegel
ST	... Strahlteiler
T	... Zeitdauer über die die Intensität gemittelt wird
t	... Zeit
tc	... Kohärenzzeit
WLQ	... Weißlichtquelle
z	... Ort

Kapitel 2.3.2.

$\lambda_{\text{äq}}$... Äquivalenzwellenlänge
λ_{lok}	... lokale Wellenlänge
n_{g}^{DE}	... Gruppenbrechungsindex des dispersiven Elements
n_{g}^{PR}	... Gruppenbrechungsindex des dispersiven Elements
$n_{\text{DE}}(x, \lambda_{\text{lok}})$... orts- und wellenlängenabhängiger Brechungsindex des dispersiven Elements
$n_{\text{PR}}(x, \lambda_{\text{lok}})$... orts- und wellenlängenabhängiger Brechungsindex des untersuchten Mediums (Probe)
κ	... Platzhalter Kappa
φ_{lok}	... lokale Phase
φ_{mess}	... gemessene Phase
φ_{off}	... Phasenoffset
φ'_{lok}	... Ableitung der lokalen Phase
WPDE	... Auswertung der verpackten Phasenableitung (engl. Wrapped Phase Derivative Evaluation)
ξ	... Platzhalter Xi

Kapitel 3.

Kapitel 3.1.

A_i	... i-ter Sellmeier-Koeffizient A
B_i	... i-ter Sellmeier-Koeffizient B
BVI	... Bereich von Interesse
DE	... zusätzliches dispersives Element (hier: N-BK7 Glas)
dB	... Dezibel
δ_{DE}	... optische Wegdifferenz für ein dispersives Element
δ_{N-BK7}	... optische Wegdifferenz für N-BK7 Glas
$G(\lambda)$... Platzhalter für einen Teil der Ableitung von $n(\lambda)$
I	... Intensität
$n_i(\lambda)$... i-ter Brechungsindex
$\bar{n}(\lambda)$... mittlerer Brechungsindex
PR	... untersuchtes dispersives Element → Probe (hier: Spinell)
$\varphi'(\lambda)$... Ableitung der Phase
$\varphi(\lambda_{\text{äq}})$... Phasenwert bei der Äquivalenzwellenlänge
RMSE	... Wurzel der mittleren quadratischen Abweichung (engl. Root mean squared error)
SNR	... Signal-Rausch-Abstand (engl. Signal-Noise-Ratio)
$Z_{\text{ref,corr}}$... geometrische Wegänderung des Referenzarms bei Spinell

Kapitel 3.2.

\propto	... ist proportional zu
$\stackrel{!}{=}$... soll gleich sein
δ_{DE}	... optische Wegdifferenz bei einem dispersiven Element (DE)
δ_{korrr}	... Korrekturfaktor zur optischen Wegdifferenz
δ_{PR}	... optische Wegdifferenz bei zwei dispersiven Elementen (DE + PR)
$\stackrel{!}{\in} \mathbb{R}$... soll Element der realen Zahlen sein
f_1	... Brennweite der ersten Linse im LS

f_2	... Brennweite der zweiten Linse im LS
geo.	... geometrisch mm ... Millimeter
I'	... Intensität \rightarrow gleichbedeutend mit I , wobei Proportionalität als Gleichheit angenommen wird
I'_{ref}	... Intensität des Referenzstrahls
I'_{obj}	... Intensität des Objektstrahls
k_0	... Wellenzahl im Vakuum
k_i	... Wellenzahl für das Medium i
N	... Anzahl der addierten Terme
$n_i(\lambda)$... Brechungsindex des Mediums i
$n_L(\lambda)$... Brechungsindex von Luft
OAS	... Objektarmspiegelsystem
RAS	... Referenzarmspiegelsystem
z	... optische Weglänge
z_i	... Dicke eines dispersiven Elements
z_{DE}	... optische Weglänge im dispersiven Element/ Dicke von DE
z_{obj}	... geometrische Weglänge des Objektarms
z_{ref}	... geometrische Weglänge des Referenzarms
$z_{\text{ref,DE}}$... Änderung der geo. Weglänge des Referenzarms bei DE
$z_{\text{ref,PR}}$... Änderung der geo. Weglänge des Referenzarms bei DE + PR

Kapitel 4.

a_0	... Skalierungsparameter
a_1	... Skalierungsparameter
AHPA	... Spinellpulver – genutzt vom Fraunhofer IWS
AHPA-AF	... Spinellpulver – genutzt vom Fraunhofer IWS
BFM	... Brute-Force-Methode
$\cos(\varphi(\lambda))_{\text{korr}}$... korrigierter Kosinus der gemessenen Phase
$f(\lambda)$... Skalierungsfunktion
h	... Stunden
HIP	... Heiß-Isostatisches-Pressen
I_1	... Intensität des Interferenzsignals bei P_1

I_2	... Intensität des Interferenzsignals bei P_2
λ_1	... Wellenlänge bei P_1
λ_2	... Wellenlänge bei P_2
$n(\lambda, y)$... wellenlängen- und ortsabhängiger Brechungsindex
$n_g(\lambda, y)$... wellenlängen- und ortsabhängiger Gruppenbrechungsindex
Nr.	... Probennummer
$P_1(\lambda_1, I_1)$... erster Punkt zur Berechnung der Skalierungsfunktion
$P_2(\lambda_2, I_2)$... zweiter Punkt zur Berechnung der Skalierungsfunktion
p_x	... Pixel
S30CR	... Spinellpulver – genutzt vom Fraunhofer IWS
SrO	... Strontiumoxid
t	... HIP-Zeit
T	... Temperatur
T_{sinter}	... Sintertemperatur
TSP-20	... Spinellpulver – genutzt vom Fraunhofer IWS

Anhang

a	... Funktionsparameter für Wellenlängenzuordnung
b	... Funktionsparameter für Wellenlängenzuordnung
c	... Funktionsparameter für Wellenlängenzuordnung
E^*	... komplex konjugiertes E-Feld
E_1^*	... komplex konjugiertes E-Feld der ersten Welle
E_2^*	... komplex konjugiertes E-Feld der zweiten Welle
$g(\lambda)$... Platzhalter für eine Funktion
$g'(\lambda)$... erste Ableitung der Funktion $g(\lambda)$
$h(\lambda)$... Platzhalter für eine Funktion
$h'(\lambda)$... erste Ableitung der Funktion $h(\lambda)$
$n'(\lambda)$... erste Ableitung des Brechungsindex
λ_{kalk}	... spektrale Wellenlänge in nm
λ_{px}	... spektrale Wellenlänge in Pixel
$u(\lambda)$... Platzhalter für eine Funktion
$u'(\lambda)$... erste Ableitung der Funktion $u(\lambda)$

$u(x)$... Platzhalter für eine Funktion
$u'(x)$... erste Ableitung der Funktion $u(x)$
$v(\lambda)$... Platzhalter für eine Funktion
$v'(\lambda)$... erste Ableitung der Funktion $v(\lambda)$
$v(x)$... Platzhalter für eine Funktion
$v'(x)$... erste Ableitung der Funktion $v(x)$
y	... Platzhalter für eine Funktion
y'	... erste Ableitung der Funktion y
z_{obj}	... geometrische Weglänge des Objektarms
z'_{obj}	... geometrische Weglänge des Objektarms in Luft
z^*_{obj}	... gesamte geometrische Weglänge des Objektarms nach Einführung eines dispersiven Elements
z_{ref}	... geometrische Weglänge des Referenzarms
z^*_{ref}	... gesamte geometrische Weglänge des Referenzarms nach Einführung eines dispersiven Elements

1. Einleitung

Der Bedarf an optischen Werkstoffen mit herausragenden physikalischen, chemischen und mechanischen Eigenschaften ist in den letzten Jahren kontinuierlich gestiegen. Mit der Entwicklung von neuen Anwendungen und steigenden Anforderungen an die Werkstoffe in bereits existenten Anwendungsgebieten ist die Weiterentwicklung geeigneter Werkstoffe unumgänglich. Herkömmliche optisch transparente Materialien Gläser, Polymere und Alkalihydride, die weit verbreitet Anwendung in der Industrie und im täglichen Leben finden stoßen dabei an ihre Grenzen. So weisen diese Materialien in extremen Umgebungen unzureichende mechanische und chemische Stabilität auf. Darüber hinaus besitzen herkömmliche transparente Werkstoffe eine hohe Absorption im infraroten Spektralbereich und relativ niedrige Schmelzpunkte ($< 600\text{ °C}$) was sie für Anwendungen in diesem Spektralbereich und bei hohen Temperaturen ungeeignet macht. Daher ist es wichtig neue optisch transparente Werkstoffe zu entwickeln, die den immer höheren Anforderungen in Industrie und Forschung gerecht werden können. Eine Möglichkeit ist Nutzung einkristalliner Werkstoffe, wie Saphir (Al_2O_3), YAG (Yttrium-Aluminium-Granat, $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$) und PZN-PT (Blei-Zink-Niobat-Blei-Titanat, $\text{PbZn}_{1/3}\text{Nb}_{2/3}\text{O}_3 - \text{PbTiO}_3$). Solche Materialien finden bereits Anwendung als IR-Fenster (Saphir), in Lasern (YAG) und für Elektrooptiken (PZN-PT). Nachteile dieser Materialien sind jedoch, dass die Produktion solcher hochqualitativen Einkristalle nur in hochentwickelte Einrichtungen möglich ist, lange Zeiträume in Anspruch nimmt und eine Massenproduktion sehr kostenintensiv ist. Des Weiteren wird die Form der gewachsenen Einkristalle stärker von ihrer Gitterstruktur bestimmt als von den Verarbeitungsbedingungen, weshalb es schwierig ist die formbezogenen Anforderungen für spezifische Anwendungen zu erfüllen. Aus diesen Gründen gewinnen polykristalline transparente Keramiken immer mehr an Bedeutung. Im Vergleich zu herkömmlichen transparenten Materialien besitzen transparente Keramiken bessere mechanische Eigenschaften wie Langzeitzuverlässigkeit, höhere Schlagfestigkeit, bessere Beständigkeit bei extremen Umweltbedingungen (z.B. hohe Temperaturen) und gute chemische Stabilität. Im Vergleich zu einkristallinen Werkstoffen ist bei polykristallinen Keramiken eine Formgebung von auch ungewöhnlichen Formen im Herstellungsprozess möglich und sie können perspektivisch ökonomischer und kosteneffizienter produziert werden können. Des Weiteren sind diese Keramiken leicht dotierbar, was es ermöglicht Keramiken mit neuen optischen Eigenschaften herzustellen. Transparenter polykristalliner Spinell (Magnesiumaluminat, MgAl_2O_4) stellt dabei einen besonders vielversprechenden Werkstoff

dar, da er optisch isotrop ist und somit keine Doppelbrechungseffekte aufweist. Spinell wird bereits sporadisch für anspruchsvolle militärische Anwendungen, wie beispielsweise als transparente Panzerung, IR-transparente Fenster für Raketenwerfer und Aufklärungskapseln und transparente Kuppeln für IR-Suchraketen genutzt. Weiterführend wird Spinell jedoch auch für nichtmilitärische Anwendungen, wie beispielsweise als Fenster für UV-Lithografie, Hochtemperaturesichtgläser, in der Raumfahrt, für Barcodescanner, Uhren, Nachtsichtsysteme und Laserzündgeräte genutzt beziehungsweise für die Nutzung in Betracht gezogen (Abb. 1-1).

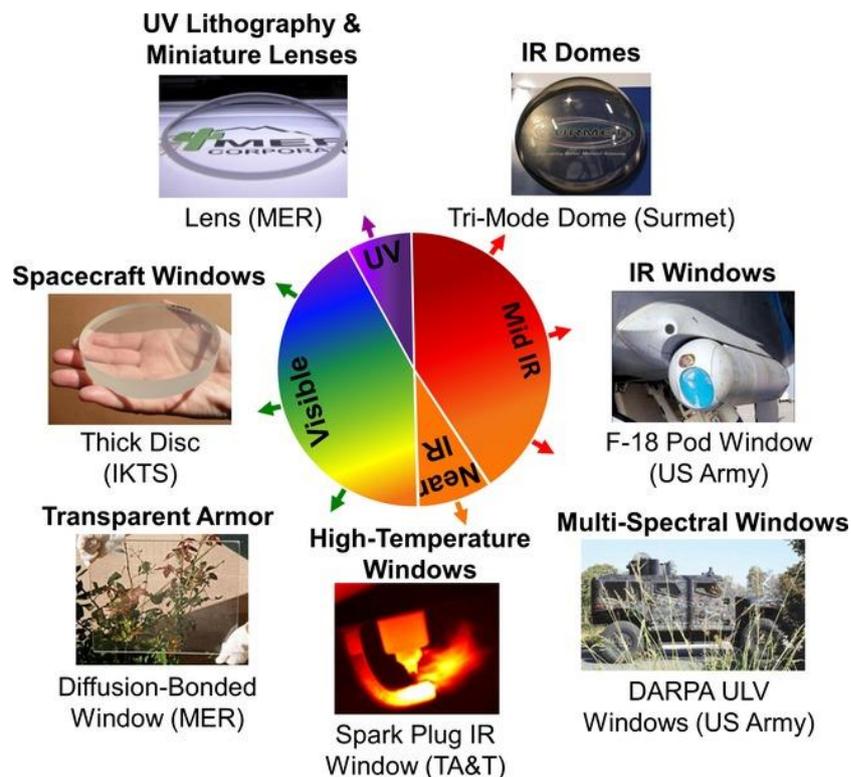


Abb. 1-1: Übersicht über die verschiedenen Anwendungsgebiete für transparenten polykristallinen Spinell [5]

Für den Einsatz als optisches Bauelement sind die optischen Eigenschaften eines Werkstoffes wie Reflektion, Transmission, Absorption und besonders im Fall transparenter polykristalliner Keramiken Streueffekte im Bauelement von hoher Relevanz. Wie gut ein Festkörper elektromagnetische Wellen (Licht) transmittiert, wird dabei durch dessen atomaren Aufbau bestimmt und über den wellenlängenabhängigen komplexen Brechungsindex beschrieben. Für die Optik ist der komplexe Brechungsindex von großer Bedeutung, da er wesentliche optische Eigenschaften eines Materials beeinflusst. [5], [6] Der Brechungsindex kann dabei über verschiedene Verfahren, wie Ellipsometrie oder Reflektometrie ermittelt werden.

In einer vorangehenden Arbeit habe ich mich bereits mit der Brechungsindexcharakterisierung von Spinellen befasst, wobei ich zwei Methoden basierend auf der Messung der Realen-Inline-

Transmission (RIT) und der Bestimmung des Pseudo-Brewsterwinkels mittels Totalreflexion getestet habe. Dabei erschloss sich, dass die RIT-Methode nur für Proben mit bereits ansatzweise bekannten Brechungsindexen geeignet ist und die Pseudo-Brewsterwinkel-Methode sehr aufwendig und somit nicht für In-Prozesscharakterisierung des Brechungsindexes geeignet ist. [7] Das Ziel dieser Arbeit ist es eine Messmethode zu entwickeln, welche eine zuverlässige und effiziente Charakterisierung des Brechungsindex von Spinellen im Fertigungsprozess ermöglicht, sodass die Einflüsse verschiedener Prozessschritte auf den Brechungsindex erkannt und der Prozess gezielt angepasst werden kann. Zu diesem Zweck wurde sich in dieser Arbeit mit der weißlicht-interferometrischen Charakterisierung des Brechungsindex von Spinell im visuellen Spektralbereich befasst. Wobei die Qualifizierung dieser Methode mittels theoretischer Daten und praktischer Untersuchung an Spinellproben, welche vom Fraunhofer IKTS bezogen wurden, hinsichtlich Genauigkeit, Rauschverhalten und Ortsauflösung untersucht wurde.

2. Grundlagen zur Untersuchung optischer Eigenschaften transparenter Keramiken

2.1. Definition Keramik

Aus historisch gewachsenen Gründen wird der Begriff „Keramik“ sehr divers eingesetzt. Somit kann unter diesem Begriff eine Werkstoffklasse, die sich von Metallen und Kunststoffen abgrenzt, verstanden werden. Der Begriff wird jedoch auch für einen Technologiezweig und einen Wirtschaftszweig, der sich weitestgehend mit keramischen Materialien befasst, verwendet.

Vor etwa 30.000 Jahren wurden die ersten Keramiken erzeugt. Bei „Keramik“ handelt es sich somit um ein Kulturgut der Menschheit, welches im Laufe der Zeit immer mehr an Bedeutung gewonnen hat. Aus diesem Grund wird im Bereich der Keramik mit diversen historisch gewachsenen Begriffen gearbeitet. Erst in Folge der internationalen Zusammenarbeit von Wissenschaft, Industrie und internationaler Handelsstatistik wurden gemeinsame Klassifizierungen und Gliederungen für die Vielfalt an Rohstoffen und Anwendungen in diesem Bereich entwickelt. [8]

Haase [9] definiert „Keramik“ als Werkstoffe, „die dadurch zustande kommen, daß ein Pulver geformt und die Form durch Einwirkung hoher Temperaturen verfestigt wird“. Weiterführend konkretisiert Henricke [10], dass keramische Werkstoffe anorganisch, nichtmetallisch (metallische Bindungsanteile jedoch nicht ausgeschlossen), in Wasser schwer löslich und zu mindestens 30 % kristallin sind und ihre typischen Werkstoffeigenschaften durch einen Sinterprozess bei Temperaturen über 800 °C erhalten. Somit zählen Materialien wie Glas, Email, Glaskeramik und anorganische Bindemittel (Zement, Kalk, Gips), die im angelsächsischen Sprachgebrauch als „Ceramics“ bezeichnet werden, nicht zu dieser Werkstoffgruppe. [8] [11]

In der deutschen Keramikindustrie wird in Abhängigkeit von Kornaufbau und Masseversatz des Weiteren zwischen Grob- und Feinkeramiken unterschieden, wobei die Grenze bei etwa 0,1 bis 0,2 mm Korngröße liegt. Zu den Feinkeramiken gehören auch die „Technischen Keramiken“. Hierbei handelt es sich um Keramiken, die spezifisch für technische Anwendungen entwickelt und produziert werden.

In der Literatur werden technische Keramiken oft nach spezifischen Eigenschaften und Anwendungsgebieten, wie Hochleistungs-, Struktur-, Konstruktions-, Industrie-, Ingenieur-,

Funktions-, Elektro-, Schneide- und Biokeramik benannt, wobei aufgrund der starken Überschneidungen zwischen diesen Bezeichnungen eine eindeutige Klassifizierung nicht möglich ist. Eine bessere Untergliederung der Werkstoffklasse kann über die mineralogischen Eigenschaften und chemische Zusammensetzung der keramischen Werkstoffe erfolgen. Somit unterscheidet man zwischen reinen Oxid- und Nichtoxidkeramiken und Oxid-Nichtoxid-Keramiken. Des Weiteren wird bei Oxidkeramiken noch zwischen binären Oxiden (Aluminate, Zirconiumdioxid) und komplexeren Oxiden (Silikate, Aluminate, Ferrite, Titanate, usw.) differenziert. Aufgrund der Vielfältigkeit an Silikatkeramiken werden die keramischen Werkstoffe in modernen Medien nach DIN EN 60 672 nach Oxidkeramiken, Nichtoxidkeramiken und Silikatkeramiken klassifiziert. [11] [12]

2.1.1. Transparente Keramiken

Herkömmliche transparente Materialien wie Gläser, Polymere und Alkalihydride besitzen den Vorteil, dass sie aufgrund ihrer amorphen Struktur (Atome bilden ein unregelmäßiges Muster) keine Fernordnung besitzen und somit keine Streueffekte im Material auftreten. Nachteilig bei diesen Materialien ist jedoch, dass ihre Dotierung sehr aufwendig ist. Zudem sind diese Materialien verhältnismäßig wenig widerstandsfähig gegen mechanische Beanspruchung und können abhängig von der Anwendung, beispielsweise in extremen Umgebungen (z.B. in der Raumfahrt) unzureichend chemisch, physisch bzw. mechanisch stabil sein. Weitere Nachteile für moderne Anwendungen stellen die hohe Absorption im Infrarot-Spektralbereich (IR) und niedrige Schmelzpunkte ($< 600\text{ °C}$) dieser Materialien dar, da sie somit nicht für Anwendungen unter hohen Temperaturen und im IR-Bereich geeignet sind.

Dementsprechend ist es von Interesse, neue transparente Materialien zu entwickeln, die modernen Anforderungen entsprechen. [6] Eine Alternative stellen transparente einkristalline anorganische Materialien wie Saphir dar, da diese optisch transparent, mechanisch stärker und chemisch stabiler sind als die geläufigen Materialien und sich somit für moderne Einsatzgebiete mit hoher mechanischer Belastung der optischen Komponenten potenziell besser eignen. Des Weiteren besitzen sie den Vorteil, dass sie leicht dotierbar sind und somit ihre optischen Eigenschaften für eine Vielzahl an Anwendungen gezielt angepasst werden können. Allerdings ist die Herstellung solcher Einkristalle sehr zeitaufwendig und komplex gestaltet und eine Formgebung direkt während des Wachstumsprozesses ist ebenfalls nicht möglich.

Somit werden transparente Keramiken interessant, da diese bessere mechanische Eigenschaften als herkömmliche Werkstoffe wie Langzeitzuverlässigkeit, höhere Schlagfestigkeit, bessere Beständigkeit bei extremen Umweltbedingungen (z.B. hohe Temperaturen) und gute chemische Stabilität besitzen, eine Formgebung im Herstellungsprozess möglich ist und perspektivisch ökonomischer und kosteneffizienter produziert werden können. Da Keramiken entsprechend der Definition aus feinkörnigen Pulvern hergestellt werden, sind sie an sich polykristallin. Folglich besitzen polykristalline Keramiken mehr Streuzentren als einkristalline oder amorphe Materialien, wie in Abbildung 2-1 dargestellt. [13] [1]

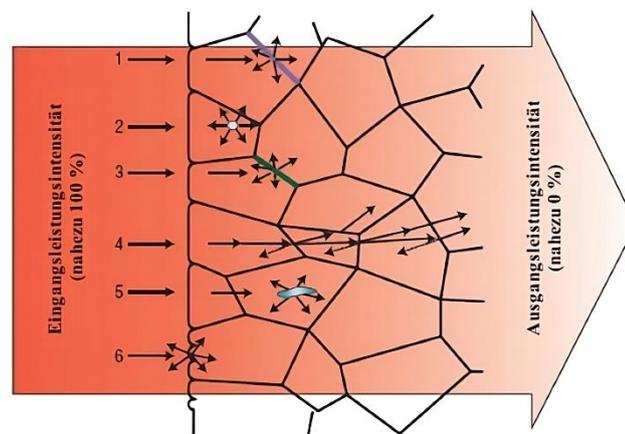


Abb. 2-1: Mögliche Streuzentren in Keramiken: 1) Korngrenzen, 2) Poren, 3) Sekundärphasen, 4) Doppelbrechung, 5) Verunreinigungen/ Einschlüsse, 6) Oberflächenrauigkeit; gemäß [13], [14] Urheberrecht © 2008, Nature Publishing Group

Bei der Untersuchung von Einkristallen hinsichtlich ihrer spektralen Eigenschaften, wie etwa bei Siliziumwafern fällt die Streuung des eingestrahlt Lichtes oft minimal aus, sodass diese bei der Betrachtung von Reflexion, Transmission und Absorption am Material vernachlässigt werden kann. Bei polykristallinen Keramiken dagegen, ist der gestreute Anteil des eingestrahlt Lichtes, welches an Poren, Korngrenzen und Fremdphasen im Material oder durch Doppelbrechungseffekte gestreut wird, signifikant, wie aus Abbildung 2-1 hervorgeht. Hierbei ist zu beachten, dass kristalline Materialien in Abhängigkeit von ihrer Kristallstruktur isotrop oder anisotrop sein können. In der Regel sind Materialien mit einer kubischen Kristallstruktur, wie beispielsweise Kupfer isotrop. Dies bedeutet, dass deren physikalischen Eigenschaften (Brechungsindex, Elastizitätsmodule, Wärmeleitfähigkeit u.w.) entlang aller Kristallachsen gleich sind. In anisotropen Materialien ist dies nicht der Fall. Dementsprechend gilt für optisch anisotrope Kristallsysteme (bspw. hexagonale oder orthorhombische Kristallsysteme), dass sich die physikalischen Eigenschaften des Kristalls in Abhängigkeit von der Polarisation und der Ausbreitungsrichtung des Lichtes im Medium ändern, was zu Doppelbrechungseffekten [15] führt. In optisch anisotropen polykristallinen Keramiken kommt

hierbei noch zusätzlich die Lichtstreuung durch die Aufspaltung des Lichtweges an jedem Kristallit aufgrund deren optischer Anisotropie und somit der Richtungsabhängigkeit des Brechungsindex dazu (Abb. 2-1). Abbildung 2-2 zeigt die verschiedenen Prozesse innerhalb einer polykristallinen Keramik, welche zur Verminderung des transmittierten Lichtes beitragen. Das einfallende Licht (I_0) wird dabei in reflektierte (R), transmittierte (T), absorbierte (A) und gestreute (S) Anteile aufgeteilt, gemäß Gleichung (2.1)

$$I_0 = R + T + A + S \quad (2.1)$$

Der reflektierte Anteil (R_T) setzt sich dabei aus der spiegelnden Reflexion (R_S) an der Substratoberfläche und Rückseite (Rückseitenreflex) und der diffusen Reflexion (R_D) zusammen, wobei R_S im gleichen Winkel (θ_1) reflektiert wird, in dem der Photonenstrahl (I_0) in das Substrat eintritt und R_D in alle Richtungen wegstrahlt. Analog wird für die Intensität des transmittierten Anteils (I_T) ebenfalls zwischen diffuser Transmission (I_{DT}), bei der das transmittierte Licht in alle Richtungen abstrahlt und In-Line-Transmission (I_{ILT}), welche gerichtet in einem Winkel θ_1 aus dem Substrat austritt, unterschieden. Wie hoch die diffusen Reflexions- und Transmissionsteile ausfallen, ist abhängig von der Oberflächenrauigkeit des Substrats. [16] [17]

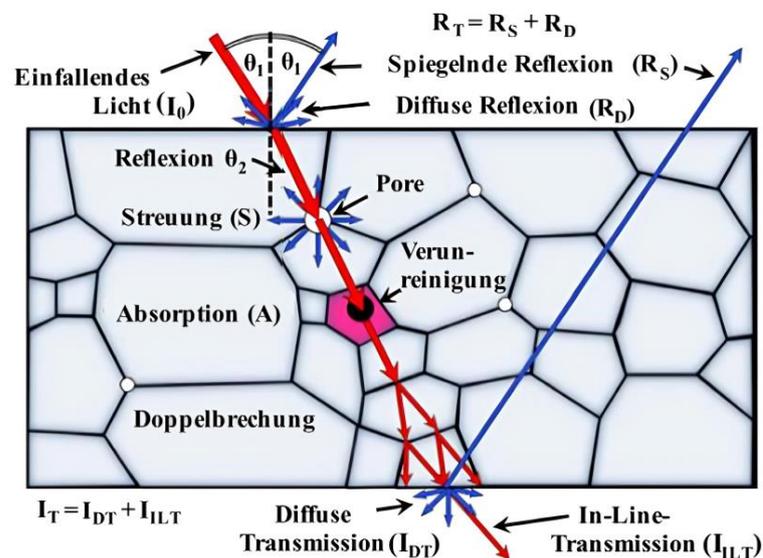
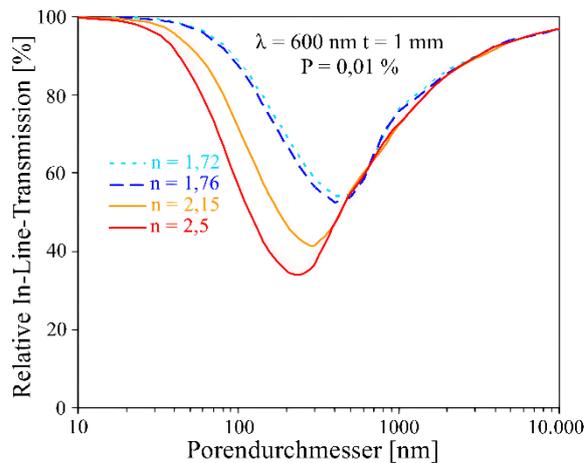


Abb. 2-2: Transmission durch eine polykristalline Keramik mit Reflexions-, Absorptions- und Streuungsmechanismen in der Keramik gemäß [17]

Als Hauptfaktor für die Transmissionsabschwächung in Keramiken gilt die Lichtstreuung (S) an Poren, wie aus Abbildungen 2-1 und 2-2 hervorgeht. Die Porenoberfläche verkörpert die Grenze zwischen Phasen mit stark unterschiedlichen optischen Eigenschaften.

Dementsprechend sind stark poröse Keramiken opak (Abb. 2-3 **b**) „links“. Des Weiteren bestehen Keramiken aus Körnern und Korngrenzen. Für weniger poröse Keramiken ist das Auftreten von Sekundärphasen an Korngrenzen die Hauptursache für Opazität (Abb. 2-3 **b**). Um eine Transparenz in Keramiken zu erhalten, ist es somit notwendig den Unterschied im optischen Verhalten zwischen Körnern und Korngrenzen zu minimieren, beispielsweise durch die Auswahl von hoch qualitativen, also hoch reinen, feinkörnigen Rohstoffpulvern, wie in Abbildung 2-3 **a**) dargestellt ist. [18]

a)



b)

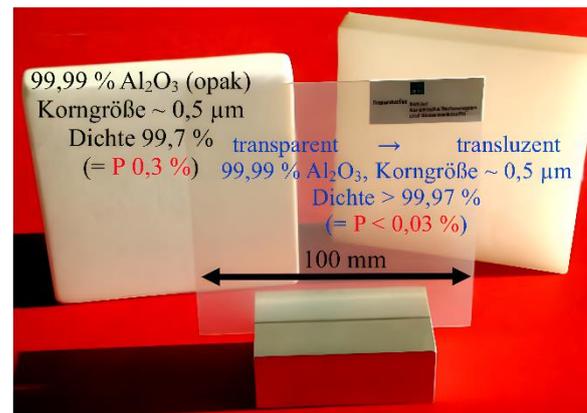


Abb. 2-3: a) Einfluss der Porengröße auf die relative In-Line Transmission (relativ zu T_{th}). Ermittelt über die Theorie der Mie-Streuung [19] für eine Porosität von $P = 0,01\%$ bei $\lambda = 600\text{ nm}$ für Spinell ($n = 1,72$), Al_2O_3 ($n = 1,76$), kubischem ZrO_2 [+ 12 mol-% Y_2O_3] ($n = 2,15$) und $(\text{Pb},\text{La})(\text{Zr},\text{Ti})\text{O}_3$ [„PLZT“] ($n = 2,5$); **b)** Al_2O_3 -Proben mit gleicher Korngröße und unterschiedlicher Transparenz aufgrund unterschiedlicher Restporosität [18]

Bei der Kategorisierung von transparenten Keramiken spielt das Lichtstreuungsverhalten der Keramik eine wichtige Rolle. Im angelsächsischen Sprachgebrauch unterscheidet man hierbei zwischen „transparency“ und „translucency“. Es wurde postuliert, dass demnach Materialien mit hoher „realen“ In-Line-Transmission (RIT) als transparent bezeichnet werden sollten, wobei die RIT annähernd der theoretisch möglichen Transmission (T_{th}) entspricht und relativ unabhängig von der Dicke des Materials ist (Abb. 2-4 **b**). Da spezifisch für Laserkeramiken hohe Transmissionsanforderungen bei Dicken von mehreren Zentimetern gestellt werden, wurde vorgeschlagen, dass der Begriff „transparent“ nur für Medien mit einer In-Line-Transmission von mindestens $95\% \cdot T_{th}$ verwendet wird. [18] Dieses Prinzip wird in Kapitel 2.2.3. näher erläutert. Wenn stattdessen der Fall eintritt, dass der diffus transmittierte Anteil von T überwiegt, dann ist das Material selbst bei allgemein geringer Streuung transluzent (Abb. 2-4 **a**). Das Material wirkt dementsprechend „milchig“ (Abb. 2-3 **b**). Umso höher der Anteil an diffuser Transmission, umso „milchiger“ ist das Material (Abb. 2-5 **b**).

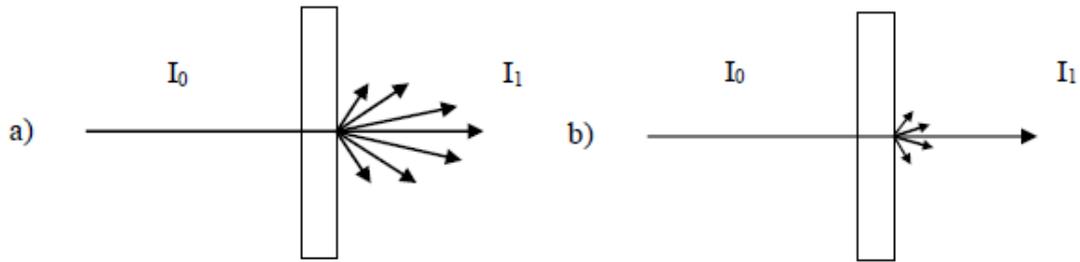
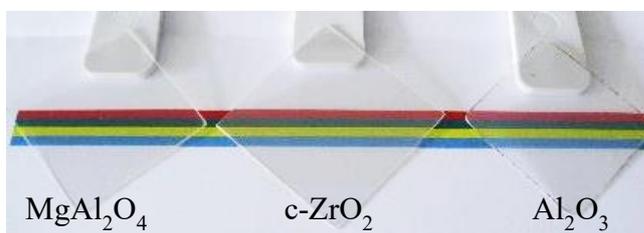


Abb. 2-4: Lichttransmission durch ein **a)** transluzentes Medium mit vorwiegend diffuser Transmission und **b)** ein transparentes Medium mit vorwiegend In-Line-Transmission. Die Pfeillänge zeigt die Intensität und die Pfeilrichtung die Richtung der transmittierten elektromagnetischen Wellen. I_0 ist hierbei die Intensität des eingestrahlten Lichtes und I_1 die Intensität des transmittierten Lichtes. Zeichnung nach Apetz et al. [19]

Transparente und transluzente Materialien sind beide lichtdurchlässig. Bei der Unterscheidung solcher Materialien ist jedoch zu beachten, dass transluzente Materialien in der Nähe „transparent“ wirken in dem Sinne, dass eine scharfe Abbildung eines unmittelbar hinter dem transluzenten Material befindlichen Objektes möglich ist (Abb. 2-5 **a**)). In der Ferne jedoch die „Transparenz“ des Materials abnimmt, umso weiter sich das betrachtete Objekt von dem Medium entfernt (Abb. 2-5 **b**)). Die Ursache dafür liegt darin, dass die Wellenfront (näher in Kapitel 2.2.5. erklärt), die durch das Medium propagiert unter anderem aufgrund von Streuprozessen gestört wird. Die Einzelwellen propagieren somit in unterschiedliche Richtungen, was zu einer Verzerrung der Phase führt und es somit zu einer Abbildungsverzerrung kommt. Das propagierte Licht tritt nur diffus als dem Medium wieder aus (Abb. 2-4 **a**)), wobei die Stärke der Abbildungsverzerrung von dem Abstand zwischen dem betrachteten Objekt und dem transluzenten Medium abhängt. [13] [17] Hierbei ist auch zu beachten, dass transluzente Materialien, wenn sie ausreichend dünn geschliffen sind (Abb.2-3 **b**) „Mitte“) sich transparent verhalten können.

a)



b)

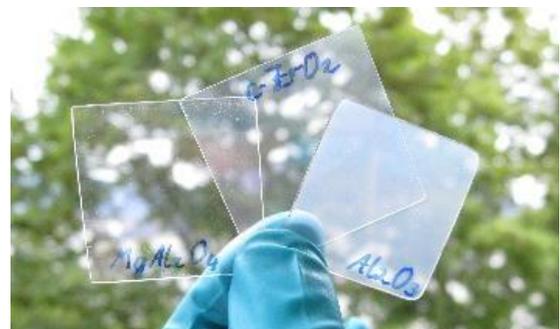


Abb. 2-5: Vergleich Transmission in voll- und teil-transparenten Keramiken bei **a)** kleiner Distanz zwischen Keramik und betrachtetem Objekt (farbige Linien auf Papier) und **b)** große Distanz zwischen Keramik und betrachtetem Objekt (Baum) [20]

Im Idealfall sollten bei der Produktion transparenter Keramiken alle möglichen Streueffekte eliminiert werden. Demzufolge sollten die verwendeten Materialien bestimmte Anforderungen erfüllen. Die Porosität der Keramik kann durch den Einsatz qualitativ hochwertiger Rohstoffe mit einer hohen Dichte vermindert werden, wobei unter „qualitativ hochwertig“ Rohstoffe mit einer hohen Reinheit und kleiner Korngröße zu verstehen sind. Des Weiteren spielt die Kristallstruktur der Materialien auch eine wichtige Rolle. Körner in Keramiken mit schwach symmetrischen Kristallstrukturen sind optisch anisotrop [6], was zur Folge hat, dass es an den Korngrenzen zu zusätzlicher Lichtstreuung aufgrund von Doppelbrechungseffekten [15], [18] kommt. Dementsprechend müssen Materialien für transparente Keramiken eine hohe Kristallstruktursymmetrie aufweisen, da die Isotropie der Körner wichtig für die gleichmäßige Transparenz der Keramiken ist. Der vorwiegende Teil transparenter Keramiken besitzt eine kubische Kristallstruktur (Tabelle 2-1), wobei auch tetragonale und hexagonale Strukturen auftreten. Seltener sind orthorhombische Kristallstrukturen. Wie in 2.1. erwähnt, werden Keramiken nach ihrer chemischen Zusammensetzung klassifiziert. Oxidkeramiken stellen dabei die größte Gruppe der transparenten Keramiken dar, weil oxidbasierte Keramiken mechanisch stärker als Fluoride, chemisch stabiler als Nichtoxide und einfacher zu synthetisieren als andere Nichtoxide, wie ALON oder Si_3N_4 sind. In Tabelle 2-1 sind repräsentative Oxidkeramiken aufgeführt. [13], [1]

Tabelle 2-1: Repräsentative transparente Oxidkeramiken + deren wesentliche physikalische Eigenschaften [13]

chem. Formel	Kristallstruktur	Gitterkonstante	M (g/mol)	Dichte (g/cm ³)	T _{Smp} (°C)	T _{Sdp} (°C)	Ref.
Al_2O_3	Hexagonal	$a = 4,754 \text{ \AA}$ $c = 12,99 \text{ \AA}$	101,69	3,6	2054	2980	[21], [22]
MgO	Kubisch	$a = 4,217 \text{ \AA}$	40,3	3,59	2852	3600	[23]
ZrO_2	Monoklin (RT)	$a = 5,143 \text{ \AA}$ $b = 5,194 \text{ \AA}$ $c = 5,298 \text{ \AA}$ $\beta = 99,218^\circ$	123,22	5,85	2680	4300	[24], [25]
	Tetragonal (> 1100 °C)	$a = 5,094 \text{ \AA}$ $b = 5,174 \text{ \AA}$	123,22	5,85	2680	4300	[24], [25]
	Kubisch (> 1900 °C)	$a = 5,105 \text{ \AA}$	123,22	5,85	2680	4300	[24], [25]
Y_2O_3	Kubisch	$a = 10,6 \text{ \AA}$	225,81	5,01	2430	4300	[26]
Sc_2O_3	Kubisch	$a = 9,84 \text{ \AA}$	138,2	3,86	2403	/	[27]
Lu_2O_3	Kubisch	$a = 10,393 \text{ \AA}$	397,93	9,42	2510	/	[28]
$\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$	Kubisch	$a = 12,02 \text{ \AA}$	593,7	4,55	1950	/	[29]
MgAl_2O_4	Kubisch	$a = 8,08 \text{ \AA}$	142,26	3,6	2250	/	[30]
$3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$	Orthorhombisch	$a = 7,540 \text{ \AA}$ $b = 7,680 \text{ \AA}$ $c = 2,885 \text{ \AA}$	432,1	3,16	1840	/	[31]

2.1.2. Der Spinell

Als Spinelle werden chemische Verbindungen bezeichnet, welche eine bestimmte kristallographische Struktur aufweisen. Sie gehören zu der Mineralklasse der Oxide und Hydroxide und besitzen ein Stoffmengenverhältnis Metall zu Sauerstoff von 3 zu 4. Die allgemeine Summenformel für Spinelle ist AB_2O_4 , wobei A ein divalentes Atom, wie Mg^{2+} , Fe^{2+} , Mn^{2+} oder Zn^{2+} ist und B durch trivalente Atome wie Al^{3+} oder Fe^{3+} besetzt wird. [11] [3] Somit zählen beispielsweise Chromit ($FeCr_2O_4$), Ferrit ($MgFe_2O_4$), Franklinit ($ZnFe_2O_4$), Gahnit ($ZnAl_2O_4$) und Magnetit ($Fe(II)Fe(III)_3O_4$) zu der Gruppe der Spinelle. Für transparente Keramiken sind die Spinelle Aluminiumoxynitrid (kommerziell ALON) und Magnesium-Aluminat ($MgAl_2O_4$) interessant, wobei Magnesium-Aluminat ($MgAl_2O_4$) als Namensgeber der Gruppe und wichtigster Vertreter fungiert und demnach in der Fachliteratur auch als Spinell oder genauer als Magnesiumspinell bezeichnet wird. Im Folgenden wird für Magnesium-Aluminat die Bezeichnung Spinell verwendet. Bei der Spinellkristallstruktur handelt es sich um ein kubisch-dichtgepacktes flächenzentriertes Gitter aus Sauerstoffanionen, dessen Oktaederlücken zur Hälfte durch Aluminiumkationen und Tetraederlücken zu einem Achtel mit Magnesiumkationen besetzt sind, wie aus Abbildung 2-6 a) hervorgeht. Die chemischen und physikalischen Eigenschaften des Spinells werden dabei hauptsächlich durch die A und B Verbindungen und die Verteilung der Kationen auf den kristallographischen Plätzen bestimmt. Abhängig von der Position der Kationen im Kristall wird zwischen normalem und inversem Spinell unterschieden, da diese Struktur Auswirkungen auf die physikalischen und chemischen Eigenschaften des Spinells wie dessen Magnetismus, elektrische Leitfähigkeit und chemische Reaktivität haben kann, wobei diese Eigenschaften im Allgemeinen neben der Kristallstruktur auch durch Faktoren wie Dotierung, Rohstoffreinheit und Herstellungsverfahren beeinflusst werden. Um zu ermitteln, ob es sich um einen normalen oder inversen Spinell handelt, können Verfahren wie die Röntgenbeugung (XRD) und Elektronenmikroskopie (TEM) zur Bestimmung der Position der Atome in der Kristallstruktur oder eine chemische Analyse zur Bestimmung der Konzentration an Metallkationen eingesetzt werden. Es handelt sich bei beiden Spinell-Variationen um eine isotrope kubische Kristallstruktur der Raumgruppe $Fd3m$ (Abb. 2-6 a)). Bei Spinell stellt eine stabile Zwischenverbindung im binären Phasensystem von $MgO-Al_2O_3$ (Abb. 2-6 b)) dar, dessen Zusammensetzung von annähernd stöchiometrisch bis zu aluminiumoxidreich entsprechend der allgemeinen Formel $MgO \cdot xAl_2O_3$ mit $0,8 \leq x \leq 3,5$ variiert und die einzige stabile Konfiguration $MgAl_2O_4$ ($x = 1$) ist. Andere Konfigurationen

haben Auswirkungen auf das Sinterverhalten des Materials. So sorgt ein Überschuss an Al_2O_3 zu einer Abnahme der Sinterdichte (Diffusion von O^{2-} Ionen stark reduziert) und ein Überschuss an MgO zu höheren Sinterdichten (Erhöhung des O^{2-} Diffusionskoeffizienten), was sich weiterführend auf die Porosität und somit die Transparenz des Materials auswirkt. [3], [1], [2]

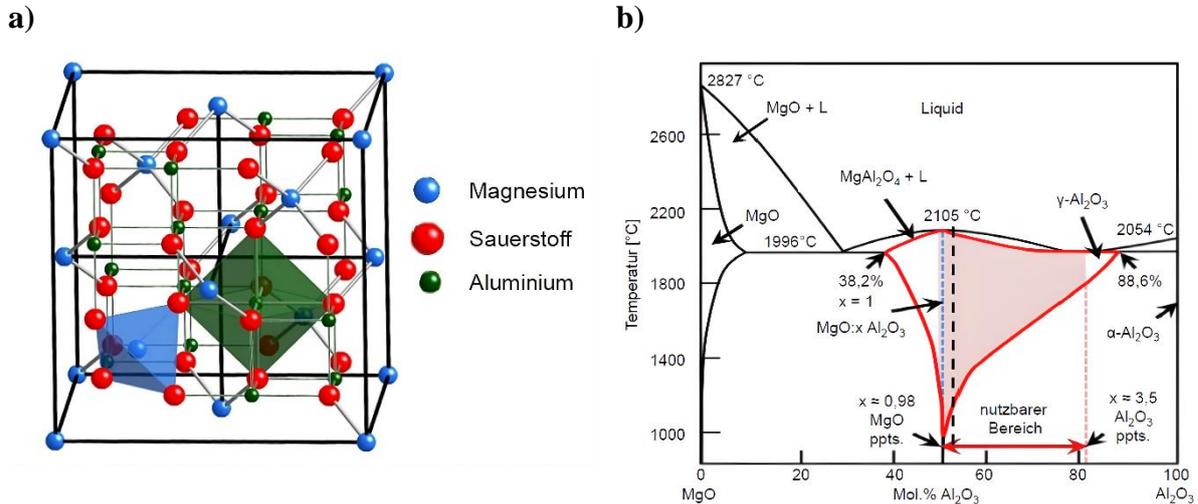


Abb. 2-6: a) Kubische Elementarzelle von Spinell (MgAl_2O_4) mit acht alternierenden Untereinheiten mit tetraedrischem Magnesium (blau) und oktaedrischem Aluminium (grün); b) Phasendiagramm des $\text{MgO}-\text{Al}_2\text{O}_3$ -Systems [32]

Aufgrund der Isotropie der Kristallstruktur weist polykristalliner Spinell keine Doppelbrechung auf, was zur Folge hat, dass dessen Transparenz annähernd unabhängig von der Korngrößenverteilung und der Dichte des Materials ist. Des Weiteren besitzt Spinell ein breites Transmissionsfenster von 190 bis 6000 nm (Abb. 2-7), wobei polykristalliner Spinell im visuellen Wellenlängenbereich (380 – 750 nm) ähnliche Transmissionseigenschaften wie einkristallines Material aufweist. Erwähnenswert ist, dass einkristalliner Spinell anders als polykristalliner Spinell starke Doppelbrechungseffekte von rund $10 \text{ nm}\cdot\text{cm}^{-1}$ bei niedrigen Wellenlängen ($\sim 200 \text{ nm}$) aufweist. Es ist demnach anzunehmen, dass in polykristallinem Spinell die einzelnen Monokristallite zwar optisch anisotrop sind, der Polykristall im gesamten jedoch aufgrund des Gesetzes der großen Zahlen isotrop ist. Somit ist der Brechungsindex von polykristallinem Spinell richtungsunabhängig von der kristallographischen Orientierung der Kristallite im Material. Spinell ist außerdem wegen seiner hohen Härte, hohen Festigkeit, erhöhten Bruchzähigkeit ($E\text{-Modul} = 295 \text{ GPa}$) und seiner Dichte von $3,58 \text{ g}\cdot\text{cm}^3$ für optische Anwendungen interessant und für nicht-stationäre Anwendungen, zum Beispiel in der Raumfahrt, wo Komponenten Vibrationen ausgesetzt sind, geeignet. Weiterhin liegt die UV-Absorptionskante von Spinell aufgrund seiner hohen energetischen Bandlücke von $7,75 \text{ eV}$ ($\lambda = 160 \text{ nm}$) unter der Wellenlänge von Excimerlasern, beispielsweise ArF-Lasern. Dabei

handelt es sich um Instrumente, die unter anderem für die operative Korrektur der Kurzsichtigkeit, die Fotolithografie zur Herstellung hochintegrierter Halbleiter-Bauelemente oder die Mikro-Materialbearbeitung eingesetzt werden. Der Emissionsgrad von Spinell befindet sich außerdem unterhalb dessen von beispielsweise $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, einem anderen Material, das für die Herstellung transparenter Keramiken verwendet wird, was ein Vorteil bei höheren Temperaturen ist, da die Wärmestrahlung von Spinell nur einen geringen Einfluss auf IR-Messwerte hat. Spinell ist somit auch für Messungen im tiefen UV- und IR-Bereich geeignet (Abb. 2-7).

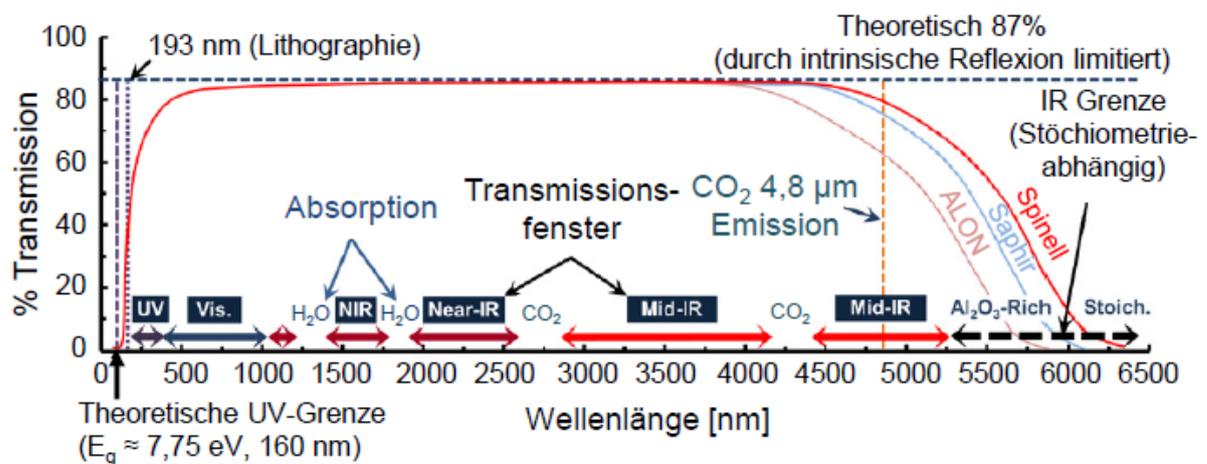


Abb. 2-7: Transmissionsspektren ausgewählter transparenter Keramiken mit Hauptbezug auf Spinell [32]

2.2. Optische Eigenschaften von Spinell

2.2.1. Der komplexe Brechungsindex von Spinell

Bei dem Übergang elektromagnetischer Wellen (Licht) von einem Medium zu einem optisch verschiedenen Medium kommt es zu einer Veränderung der Phasengeschwindigkeit c_{ph} der Wellen. So wird die Phasengeschwindigkeit beispielsweise bei dem Übergang der elektromagnetischen Wellen von einem optisch dünneren Medium in ein optisch dichteres Medium reduziert. Beschrieben wird dieses Verhalten durch den Brechungsindex, einer optischen Materialeigenschaft, welche aufgrund der Materialabhängigkeit von c_{ph} ebenfalls materialabhängig ist. Der komplexe Brechungsindex \hat{n} ergibt sich aus dem Verhältnis der Phasengeschwindigkeit elektromagnetischer Wellen im Vakuum c (für alle Wellenlängen

gleich) und der Phasengeschwindigkeit im Medium c_{ph} mit $\hat{n} = \frac{c}{c_{\text{ph}}}$. Entsprechend der Maxwellgleichung [15] ergibt sich weiterführend:

$$\frac{c}{c_{\text{ph}}} = \frac{\sqrt{\varepsilon_0 \mu_0 \varepsilon_r \mu_r}}{\sqrt{\varepsilon_0 \mu_0}} = \sqrt{\varepsilon_r \mu_r} = \hat{n} > 1 \quad (2.2)$$

Die relative Permittivität ε_r eines Materials ist von der Wellenlänge des einfallenden Lichtes abhängig. Dies hat zur Folge, dass der Brechungsindex eines Materials ebenfalls wellenlängenabhängig ist. Bezeichnet wird diese Abhängigkeit als Dispersion. Neben Dispersion tritt bei der Ausbreitung elektromagnetischer Wellen in einem verlustbehafteten Medium auch eine Abschwächung der elektromagnetischen Wellen auf, da diese durch verschiedene Verlustmechanismen, wie Wechselwirkungen von Photonen mit Phononen, Exzitonen und Elektronen (Photoeffekt), Absorption von Energie durch freie Ladungsträger (Elektronen, Löcher u.Ä.) und Streuung an Energie verlieren. Somit wird der Brechungsindex als eine komplexe Funktion der Frequenz der Lichtwelle betrachtet. [33] Der komplexe Brechungsindex setzt sich aus dem Brechungsindex n (Realteil) und dem Extinktionskoeffizienten K (Imaginärteil) entsprechend der Funktion (2.3) zusammen.

$$\hat{n} = n - iK \quad (2.3)$$

Da es sich bei Spinell um ein Stoffgemisch handelt, kann dessen stöchiometrische Zusammensetzung variieren. Demzufolge variiert auch der materialabhängige komplexe Brechungsindex der Spinelle. Wickersheim und LaFever [3], [34] ermittelten einen Brechungsindex von 1,708 für stöchiometrischen Spinell und eine Brechungsindexreichweite von 1,717 bis 1,720 arb. Einheiten für Al_2O_3 -reichen ($x = 3,5$) kommerziellen Spinell. Daraus ist zu schließen, dass der Brechungsindex von Spinell zunimmt, je höher der Al_2O_3 -Anteil im Spinell ist. Allgemein kann der Brechungsindex n (Realteil von \hat{n}) von polykristallinem stöchiometrischem Spinell mit

$$n^2 - 1 = \frac{18,96 \cdot 10^9}{(100,080)^2 - \nu^2} + \frac{1,2234 \cdot 10^6}{(527,18)^2 - \nu^2} \quad (2.4)$$

in Abhängigkeit von der Frequenz in Wellenzahlen [3] oder mit

$$n^2 - 1 = \frac{1,8938 \cdot \lambda^2}{\lambda^2 - (0,09942)^2} + \frac{3,0755 \cdot \lambda^2}{\lambda^2 - (15,826)^2} \quad (2.5)$$

in Abhängigkeit von der Wellenlänge [35] [3] beschrieben werden. Hierbei ist zu beachten, dass diese Relationen nur für stöchiometrischen Spinell mit einer geringen Konzentration an Verunreinigungen und Defekten für den Wellenlängenbereich 350 – 5500 nm gelten. Thomas [36] kalkulierte auf der Basis eines Gitterschwingungsmodells den komplexen Brechungsindex im IR-Bereich beginnend bei 1041,7 nm für den Realteil n (Brechungsindex) und 2000 nm für den Imaginärteil K (Extinktionskoeffizient). Dementsprechend besitzt Spinell bei 2000 nm einer Extinktionskoeffizienten von $2,2 \cdot 10^{-13}$ arb. Einheiten, welcher zu höheren Wellenlängen hin ansteigt. Extrapolierend davon ist zu erwarten, dass der Extinktionskoeffizient im visuellen Spektralbereich vernachlässigbar gering ausfällt. Aus diesem Grund wird in dieser Arbeit im Folgenden nur der Realteil n des komplexen Brechungsindexes betrachtet.

2.2.2. Absorption in polykristallinem Spinell

Wenn Licht durch ein Medium propagiert, kommt es zu einem Energieübertrag von den Photonen an die Atome oder Moleküle des Medium, was zu einer Abschwächung der Intensität des eingestrahnten Lichtes führt. Dieser Prozess wird als Absorption bezeichnet. Wie stark ein Medium Licht absorbiert, wird durch den Absorptionskoeffizienten beschrieben. Bei Absorption werden Atome durch Energieübertrag von einem Energieniveau (meist Grundzustand) in ein höheres Energieniveau angehoben. Hierbei ist es notwendig, dass die Frequenz des eingestrahnten Lichtes mit der atomaren Eigenfrequenz des Materials resoniert. Es wird zwischen linearer und nichtlinearer Absorption unterschieden. Nichtlineare Absorption tritt dann auf, wenn die Intensität des eingestrahnten Lichtes so hoch ist, dass das obere Niveau im stärkeren Maß besetzt wird, sodass nur eine geringe Anzahl an Atomen im Grundzustand verbleibt. Dies hat zur Folge, dass der Absorptionskoeffizient mit zunehmender Intensität der eingestrahnten elektromagnetischen Strahlung kleiner wird, bis eine Sättigung der Absorption erreicht wird. Nichtlineare Absorber wie beispielsweise organische Farbstoffe werden somit mit steigender Lichtintensität zunehmend transparent. Bei linearer Absorption kommt es nur zu einer geringen Besetzung des oberen Energieniveaus. Der Absorptionskoeffizient α ist dementsprechend unabhängig von der Intensität des eingestrahnten Lichtes. [37] Beschrieben werden kann die lineare Absorption mit dem Lambert-Beerschen-Gesetz:

$$I(d) = I_0 \cdot e^{-\alpha d} \quad (2.6)$$

Wobei der Absorptionskoeffizient mit

$$\alpha = 2K \frac{\omega}{c} \quad \text{mit} \quad \omega = \frac{2\pi c}{\lambda} \quad \rightarrow \quad \alpha = K \frac{4\pi}{\lambda} \quad (2.7)$$

gegeben ist. Der Extinktionskoeffizient K stellt dabei den Imaginärteil des komplexen Brechungsindex (2.3) dar. [15]

In Spinell sind die Hauptursachen für Absorption im transparenten Bereich (250 – 5000 nm) Verunreinigungen und Defekte. Die Struktur und visuelle optische Absorption von Spinell mit verschiedenen Mengen an Kobalt-, Eisen- und Chromverunreinigungen wurden dabei weitgehend untersucht [3]. An der Infrarotgrenze (IR) des transparenten Bereiches wird die Absorption im Material durch Multiphononenabsorption dominiert und die UV-Absorptionskante liegt aufgrund der hohen energetischen Bandlücke von Spinell (7,75 eV) bei 160 nm. Hierbei ist zu beachten, dass der Absorptionskoeffizient α temperaturabhängig ist und nicht durch einen konstanten Wert beschrieben werden kann. Er weist im Bereich der Bandkante einen exponentiellen Anstieg auf und kann mit Hilfe der Urbach-Regel (Relation (2.8)) beschrieben werden. [3]

$$\alpha(h\nu) = \alpha_0 \cdot e^{\left(\frac{h\nu - E_0}{E_U}\right)} \quad (2.8)$$

Dabei sind α_0 und E_0 Materialparameter und E_U die Urbachenergie, welche ein Maß für die Energieweite breit verlaufender Bandkanten (Valenz- oder Leitungsbandkante) ist. [2]

Für den visuellen Spektralbereich sind Streumechanismen die Hauptursache für Intensitätsverluste bei Transmission. Wie in Kapitel 2.2.1. beschrieben, wird in diesem Bereich ein sehr geringer Extinktionskoeffizient erwartet. Die Absorption fällt also im visuellen Spektralbereich entsprechend gering aus.

2.2.3. Reflexion und Transmission in polykristallinen Keramiken

In einem absorptions- und streuungsfreien Medium liegt das theoretische Maximum für die Transmission elektromagnetischer Strahlung (Licht) bei 100 % abzüglich Reflexionseffekten an Vorder- und Rückseite gemäß Relation (2.1). Bei normalem Lichteinfall wird die Reflexion R_1 an einer Oberfläche durch den Brechungsindex wie folgt bestimmt:

$$R_1 = \left\{ \frac{n - 1}{n + 1} \right\}^2 \quad (2.9)$$

In der Praxis gibt es solche Materialien jedoch nicht. Stattdessen ist damit zu rechnen, dass in einem Medium einer Dicke d ein Teil der Intensität des eingestrahlteten Lichtes aufgrund von Absorption, Streuung und Mehrfachreflexion verloren geht. Dieser Verlust wird mit dem totalen Reflexionsverlust R_2 beschrieben [38].

$$R_2 = \frac{2R_1}{1 + R_1} \quad (2.10)$$

Ausgehend von Relation (2.1) gilt $I_0 = R_2 + T_{th}$. Es ergibt sich somit für das theoretische Maximum des transmittierten Lichtes:

$$T_{th} = (1 - R_2) = \frac{2n}{n^2 + 1} \quad (2.11)$$

Das theoretische Transmissionslimit T_{th} ist dabei ausschließlich von dem Brechungsindex des Materials abhängig. In der Praxis gibt es jedoch auch weitere Einflussfaktoren, die die Transmissivität eines Mediums beeinflussen.

So wird die Reale-In-Line-Transmission in transparenten polykristallinen Keramiken wie Spinell aufgrund von Streuungseffekten an Korngrenzen exponentiell mit zunehmender Dicke d des Substrats verringert. Dieses Verhalten kann mit der folgenden Relation beschrieben werden:

$$RIT = T_{th} \cdot e^{-\gamma d} \quad (2.12)$$

Wobei sich diese Relation im Wesentlichen nur dadurch von dem Lambert-Beerschen-Gesetz (2.6) unterscheidet, dass anstelle des Absorptionskoeffizienten α der Streukoeffizient γ

eingesetzt wird und der e-Term mit dem theoretischen Transmissionslimit T_{th} statt der Ausgangsintensität des eingestrahlten Lichtes I_0 multipliziert wird. Der totale Streukoeffizient γ bildet sich aus der Summe der Streukoeffizienten für die Korngrenzen γ_{KG} und dem für die Poren γ_{Pore} im polykristallinen Medium. Aufgrund der geringen Porosität der in dieser Arbeit verwendeten Proben, wird $\gamma_{Pore} = 0$ angenommen. Für die Ermittlung von γ_{KG} nach Apetz et al. [19] wird das Modell stark vereinfacht. Es wird angenommen, dass **1)** die orientierungs- und polarisationsabhängige Brechungsindexe der Körner und **2)** die Korngrößenverteilung jeweils mit einem Mittelwert approximiert wird und **3)** eine sphärische Form der Körner angenommen wird. Der Korngrenzenstreukoeffizient ergibt sich somit aus dem Produkt der Kugeldichte N und dem Streuquerschnitt einer Kugel C_{Sq} :

$$\gamma_{KG} = N \cdot C_{Sq} \quad (2.13)$$

Der Streuquerschnitt einer Kugel kann dabei nach dem Prinzip der Mie-Streuung numerisch berechnet werden. Für den Fall, dass der durch Streuung verursachte Phasenschift sehr klein ist, C_{Sq} auch entsprechend der Rayleigh-Gans-Debye-Theorie approximiert werden kann:

$$C_{Sq} = \frac{8\pi^3 r^4}{\lambda_m^2} \left(\frac{\Delta n}{n} \right)^2 \quad (2.14)$$

Hierbei ist λ_m die Wellenlänge im Medium und Δn die Brechungsindexdifferenz für den ordentlichen und außerordentlichen Strahl mit jeweils perpendikularer und paralleler Polarisierung zur c-Achse (optische Achse). Diese Approximation (2.14) ist gültig, wenn

$$2r\Delta n \ll 2\pi\lambda_m \quad (2.15)$$

zutrifft. Δn sollte dabei der über alle Kornorientierungen gemittelten Doppelbrechung entsprechen. Für einkristallinen Spinell ist $\Delta n \neq 0$. Aufgrund seiner isotropen Kristallstruktur besitzt polykristalliner Spinell jedoch keine Doppelbrechung. Dementsprechend gilt hier $\Delta n \approx 0$, auch wenn die einzelnen monokristallinen Kristallite optisch anisotrop sind. Dies hat zur Folge, dass die Bedingung (2.15) sehr gut für mittlere Gefügekorngrößen $< 20 \mu\text{m}$ in einen breiten Wellenlängenbereich von Infrarot bis in den nahen UV-Bereich erfüllt wird. Der Korngrenzenstreukoeffizient kann somit mit

$$\gamma_{\text{KG}} = 3 \frac{\pi^2 r}{\lambda_0^2} \Delta n^2 \quad (2.16)$$

beschrieben werden. Mit $\lambda_m = \lambda_0/n$ ergibt sich somit folgende Relation für die Reale-Inline-Transmission in polykristallinem Spinell in Abhängigkeit von der Wellenlänge des einfallenden Lichtes λ , der Materialdicke d , der halben Gefügekorngröße des Materials r und dem Brechungsindex n .

$$\text{RIT} = T_{\text{th}} \exp \left\{ -3\pi^2 \frac{\Delta n^2 r d}{n^2 \lambda^2} \right\} \quad (2.17)$$

[38] [18]

2.2.4. Der Gruppenbrechungsindex

In der Theorie werden elektromagnetische Wellen modellhaft oft als einzelne Wellen betrachten. In der Realität handelt es sich jedoch bei elektromagnetischen Wellen um Wellenpakete sogenannte Gruppen, die aus einer Vielzahl von Einzelwellen mit unterschiedlichen Frequenzen und Phasen bestehen, wobei jede Gruppe eine spezifische Amplituden- und Phasenverteilung aufweist. Anders als der phasenabhängige Brechungsindex, welcher sich auf eine einzelne Welle bezieht, ist der Gruppenbrechungsindex abhängig von der Geschwindigkeit, mit der sich das Wellenpaket durch ein Medium bewegt (Gruppengeschwindigkeit). Der Gruppenbrechungsindex eines Materials beschreibt somit das Verhältnis zwischen der Lichtgeschwindigkeit im Vakuum und der Gruppengeschwindigkeit im Material. Der Gruppenbrechungsindex ist nicht gleichzusetzen mit dem Brechungsindex, da dieser die Phasenverzögerung des Lichtes für jeweils eine Wellenlänge in einem Material beschreibt, der Gruppenbrechungsindex hingegen sich auf die Veränderung der Gruppengeschwindigkeit mehrerer Wellenlängen bezieht.

$$n_g = \frac{c}{v_g} \quad \text{mit} \quad v_g = \frac{\delta \omega}{\delta k} \quad (2.18)$$

Beim Gruppenbrechungsindex handelt es sich um eine Funktion der Kreisfrequenz des Lichtes. Aus der Gleichung (2.7) geht jedoch hervor, dass ein Zusammenhang zwischen der Kreisfrequenz ω und der Wellenlänge λ besteht. Der Gruppenbrechungsindex kann somit als eine Funktion von λ dargestellt werden. Weiterführend besteht nach Delbarre et al. [39]

folgender Zusammenhang zwischen den Gruppenbrechungsindex und dem Brechungsindex eines Materials (Relation (2.19)):

$$n_g(\lambda) = n(\lambda) - \frac{dn(\lambda)}{d\lambda} \cdot \lambda \quad (2.19)$$

Es ist somit möglich, den Brechungsindex eines Materials über dessen Gruppenbrechungsindex zu ermitteln, was in Kapitel 2.3.1. für den Wrapped Phase Derivative Evaluation (WPDE) – Algorithmus nach Taudt [4] relevant wird.

2.2.5. Die optische Homogenität

Die optische Homogenität eines Materials beschreibt die räumliche Einheitlichkeit des Brechungsindex des Materials. Sie ist somit abhängig von der Veränderung des Brechungsindex an verschiedenen Stellen im Material und kann ermittelt werden mit

$$\Delta s = d \cdot \Delta n \quad (2.20).$$

Hierbei stellt Δs die Wellenfrontveränderung, d die Materialdicke und Δn die räumliche Brechzahlveränderung im Material dar. [40] Wie sich eine Änderung der optischen Homogenität auf ein optisches Bauelement auswirken kann, ist in Abbildung 2-8 an dem Beispiel zweier Linsen, das einfallende Licht in einem Punkt fokussieren, dargestellt. Es wird schematisch gezeigt, dass eine gezielte Brechung des einfallenden Lichtes in optisch homogenen Linsen durch bestimmte geometrische Formen der Linse und in speziellen optisch inhomogenen Linsen (GRIN-Linsen) durch ein deterministisches Brechungsindexprofil bewirkt werden kann.

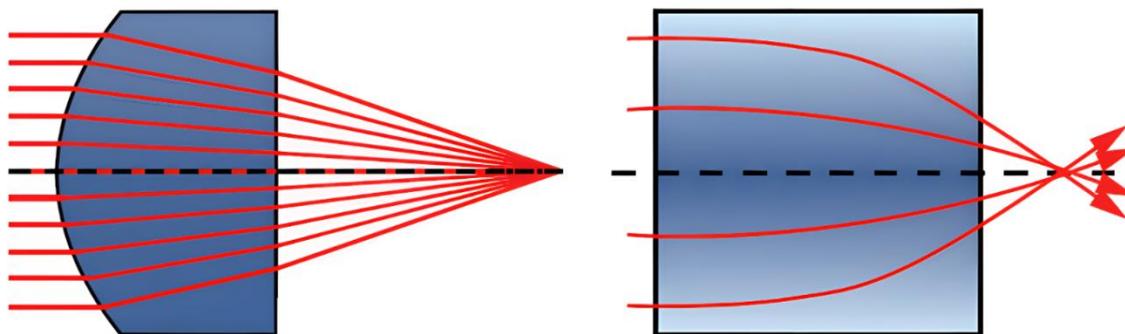


Abb. 2-8: Vergleich einer optisch homogenen Linse (links) und einer optisch inhomogenen GRIN-Linse mit deterministischem Brechungsindexprofil (rechts) [41] Urheberrecht © 2024, Edmund Optics Inc. vertreten durch Edmund Optics GmbH

2.3. Weißlicht-Interferometrische Brechungsindexbestimmung

2.3.1. Interferenz für Zwei-Strahl-Interferometer

Als Interferenz wird die Überlagerung von zwei oder mehr Wellen im gleichen Raum bezeichnet. Dabei kann es sich um verschiedene Wellen wie zum Beispiel elektromagnetische Wellen (Licht), Schallwellen oder Wasserwellen handeln. In einem linearen Medium kann die Überlagerung elektromagnetischer Wellen anhand des Superpositionsprinzips beschrieben werden. Das Superpositionsprinzip besagt, dass verschiedene Wellen sich überlagern, „indem sich am gleichen Ort und zur gleichen Zeit die Amplituden der Einzelwellen phasengerecht addieren.“ [15] In linearen Medien bedeutet dies, dass die Gesamtauslenkung überlagernder Wellen gleich der Summe der Einzelauslenkungen ist und sich die Wellen gegenseitig nicht stören. Für elektromagnetische Wellen tritt dieses Verhalten im Vakuum auf. Im Medium kommen hingegen nichtlineare Effekte hinzu. Nach dem Superpositionsprinzip werden die Feldstärken der elektromagnetischen Wellen addiert. Nichtlineare Effekte in Medien führen jedoch bei der Überlagerung elektromagnetischer Wellen zu zusätzlichen Überhöhungen oder Abschwächungen der Amplitude. Diese Mechanismen werden jeweils als konstruktive und destruktive Interferenz bezeichnet. Damit Interferenz entstehen kann, müssen die überlagernden Wellen kohärent zueinander sein. Hierbei wird zwischen räumlicher und zeitlicher Kohärenz unterschieden.

Kohärenz:

Als **räumliche Kohärenz** wird der Effekt bezeichnet, bei dem Lichtschwingungen an zwei verschiedenen Punkten ohne zeitliche Verzögerung miteinander räumlich korrelieren und die Phasenbeziehung der emittierten Wellen an den verschiedenen Punkten im Raum stabil bleibt.

Die Punkte befinden sich dabei auf einer zur Ausbreitungsrichtung des Lichtes orthogonalen Ebene. Des Weiteren muss die räumliche Kohärenzbedingung

$$2b \sin \alpha \ll \lambda \quad (2.21)$$

erfüllt werden, wobei b der Abstand zwischen den Punkten der emittierenden ausgedehnten Lichtquelle ist und α den halben Öffnungswinkel, unter dem die Wellen durch den Raum propagieren, darstellt. [42] Als grundlegendes Experiment, um räumliche Kohärenz nachzuweisen, gilt das Youngsche Doppelspaltexperiment, welches in Abbildung 2-9 schematisch dargestellt ist. [42], [43]

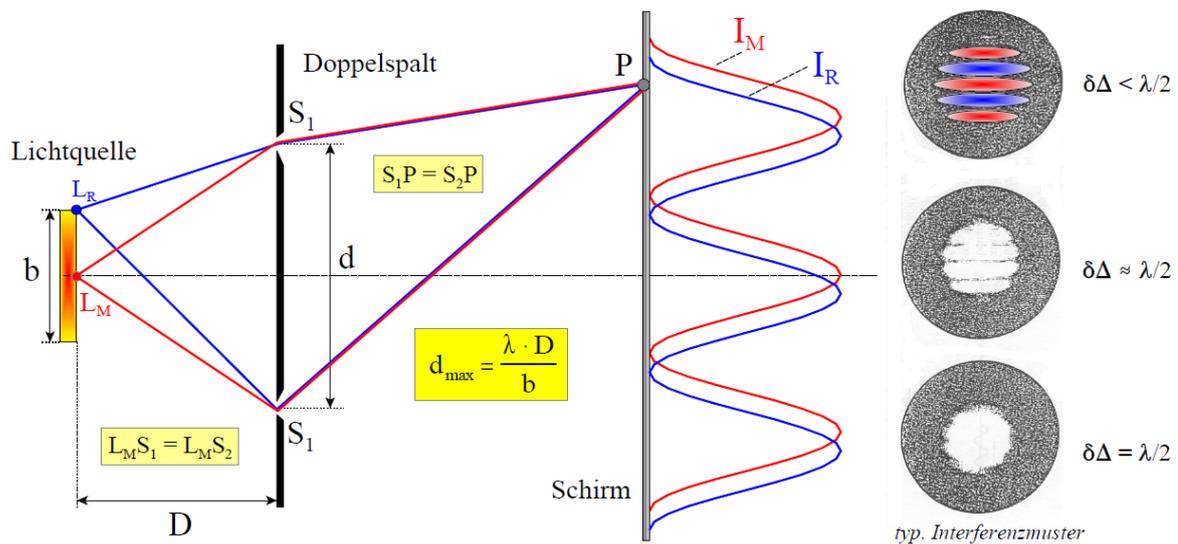


Abb. 2-9: Schematische Darstellung des Youngschen Doppelspaltversuchs mit einer Lichtquelle der Breite b von der die Abstrahlung an den Punkten L_R und L_M betrachtet wird [44]

Des Weiteren ist es auch möglich für die emittierten Wellen an spezifischen Punkten im Raum zu interferieren. Hierbei ist zu bemerken, dass an jedem beleuchteten Ort im Raum ein Feld wirkt, welches regelmäßig mit etwa einer Million Zyklen innerhalb weniger als 10 ns oszilliert, bevor es willkürlich die Phase ändert. In diesem Intervall kann die Schwingung der elektromagnetischen Welle als eine Sinusfunktion beschrieben werden. Das durchschnittliche Zeitintervall wird dabei, als die Kohärenzzeit t_c bezeichnet, und ist ein Maß für die **zeitliche Kohärenz** der Welle. Nehmen zwei oder mehrere Wellen in einem Punkt im Raum ein solches Schwingungsbild an und stehen für einen bestimmten Zeitraum in einer stabilen Phasenbeziehung zueinander, so sind sie zueinander **zeitlich kohärent** und können miteinander interferieren, wenn die Kohärenzbedingung

$$t_c \gg \frac{\Delta s}{c} \quad (2.22)$$

erfüllt wird, wobei Δs der Gangunterschied der Wellen ist. [42], [43] Aufgrund der kurzen Zeit (wenige 10 ns) in der dieser Zustand bei von quasimonochromatischen Lichtquellen, wie beispielsweise Leuchtdioden (LEDs) emittierten elektromagnetischen Wellen eintritt, ist die Interferenz hierbei nicht messbar. Damit messbare Interferenzen auftreten können, muss im Überlagerungsgebiet ein stationäres Wellenfeld entstehen. Die Höhe der zeitlichen Kohärenz, der von einer Lichtquelle emittierten elektromagnetischen Wellen, bestimmt dabei wie lange ein Interferenzmuster an einem Ort aufrechterhalten werden kann. Die überlagernden Wellen müssen demnach über die notwendige Messdauer in einer festen Phasenbeziehung zueinanderstehen, also zueinander zeitlich kohärent sein. [45] Der in dieser Arbeit verwendete Messaufbau kann mathematisch über das Prinzip der Zweistrahlinterferenz beschrieben werden, wobei für die elektromagnetischen Felder der Teilstrahlen gilt:

$$E = E_1 + E_2 \quad (2.23)$$

Die elektromagnetischen Wellen der Teilstrahlen werden dabei algebraisch mit

$$\begin{aligned} E_1 &= E_{01} \cdot e^{i[\omega t \pm kz]} \\ \text{und} \\ E_2 &= E_{02} \cdot e^{i[\omega t \pm k(z+\delta)]} \end{aligned} \quad (2.24)$$

beschrieben, wobei sich das resultierende elektrische Feld E aus der Maximalamplitude des ursprünglichen elektrischen Feldes E_0 , welche sowohl realwertig als auch komplexwertig sein kann und dem oszillierenden Teil, definiert durch die optische Kreisfrequenz ω , der Zeit t und der Wellenzahl k an dem Ort z , zusammensetzt. Infolge des Wegunterschiedes zwischen den Teilstrahlen im Interferometer, wird die Relation für einen der Teilstrahlen (hier E_2) um die optische Wegdifferenz δ erweitert. Da in einem experimentellen Aufbau aufgrund der hohen Oszillationsrate der elektromagnetischen Wellen nur das zeitgemittelte Signal des elektrischen Feldes gemessen werden kann, ist die Beleuchtungsstärke von Interesse. Für Zweistrahlinterferometer, wie dem Michelson-Interferometer (Abb. 2-10), entspricht die Intensität dabei dem Betragsquadrat der Amplitude der Superposition der elektrischen Felder beider interferierenden Strahlen E_1 und E_2 und wird definiert durch [46]

$$\bar{I} = \frac{c \cdot \varepsilon_0}{2T} \int |\overline{E_{\text{Out}}}|^2 dt \quad (2.25)$$

mit

$$|\overline{E_{\text{Out}}}|^2 = \frac{c \cdot \varepsilon_0}{2} (|E_1|^2 + |E_2|^2 + 2 \cdot E_1 E_2 \cdot \cos \Delta\varphi) \quad (2.26)$$

Ein Zweistrahlinterferenzmuster besteht typischerweise aus Streifen konstruktiver und destruktiver Interferenz dessen Intensität über die Wellenlänge moduliert wird. Für den Idealzustand, dass eine ideale 50:50 Strahlteilung auftritt, wird diese Struktur von Delbarre et al. [39] mit der folgenden Relation beschrieben:

$$I(\lambda) = I_0(\lambda) \cdot [1 + \gamma(\lambda) \cdot \cos \varphi(\lambda)] \quad (2.27)$$

Hierbei stellt $I_0(\lambda)$ die ursprüngliche spektrale Intensität der Lichtquelle mit $I_0(\lambda) \approx |E_1(\lambda, z)|^2 + |E_2(\lambda, z + \delta)|^2$ dar und $\gamma(\lambda)$ wird als der spektrale Kontrast an den Interferenzrändern definiert. Die Information über den Brechungsindex des durchstrahlten Materials befindet sich in der Phase. Für den Fall, dass sich in beiden Interferometerarmen Luft befindet, wird der Phasenterm unter der Annahme, dass das Interferometer dispersionsfrei ist, mit

$$\varphi(\lambda) = 2\pi \cdot \frac{n_{\text{Luft}} \cdot \delta}{\lambda} \quad (2.28)$$

berechnet. Durch das Einführen eines dispersiven Elementes wird der Phasenterm entsprechend der Relation (2.29) erweitert.

$$\varphi(\lambda) = 2\pi \cdot \frac{[n_{\text{DE}}(\lambda) - 1] d_{\text{DE}} - \delta}{\lambda} \quad (2.29)$$

Hierbei ist $n_{\text{DE}}(\lambda)$ der Brechungsindex, d_{DE} die Dicke des dispersiven Elements und δ die optische Wegdifferenz zwischen den Interferometerarmen. [4] Tritt der Fall ein, dass der Brechungsindex und die optische Wegdifferenz bei einem Material unbekannt sind, so kann die optische Wegdifferenz durch das Einbringen eines zusätzlichen dispersiven Elements DE mit bekannten Parametern ermittelt werden. Das zusätzliche dispersive Element kann dabei sowohl im Referenzarm, wie in Abbildung 2-10 dargestellt ist, oder im Objektarm eingefügt werden. Des Weiteren muss Relation (2.29) entsprechend Relation (2.30) erweitert werden, wobei

$n_{PR}(\lambda)$ und d_{PR} jeweils der Brechungsindex und die Dicke des unbekanntes dispersiven Elements PR und $n_{DE}(\lambda)$ und d_{DE} jeweils der Brechungsindex und die Dicke des bekannten zusätzlichen dispersiven Elementes darstellen.

$$\varphi(\lambda) = 2\pi \cdot \frac{[(n_{PR}(\lambda) - 1) d_{PR}] + [(n_{DE}(\lambda) - 1) d_{DE}] - \delta}{\lambda} \quad (2.30)$$

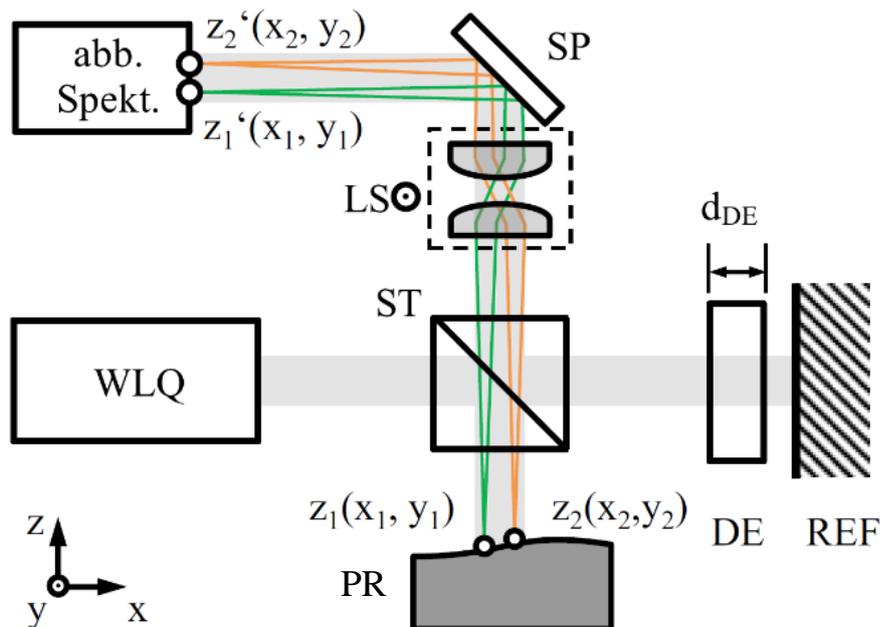


Abb. 2-10: Schematische Darstellung eines Michelson-Interferometers zur Charakterisierung transparenter Proben (PR) mit einer Weißlichtquelle (WLQ), einem 50:50 Strahlteiler (ST) einem zusätzlichen dispersiven Element (DE) im Referenzarm, einem Referenzspiegel (REF) [4]

2.3.2. Wrapped Phase Derivative Evaluation (WPDE-Algorithmus)

Es gibt verschiedene Methoden, um den Brechungsindex eines Materials zu bestimmen. Dies kann beispielsweise ellipsometrisch über die Polarisation des Lichtes oder refraktometrisch über den Brewsterwinkel des Materials erfolgen. In diesem Teilkapitel wird eine Methode zur interferometrischen Brechungsindexbestimmung betrachtet, welche auf den Relationen nach Delbarre et al. [39] aus Kapitel 2.3.1. basiert. Bei der WPDE-Methode nach Tautd [4] wird sich zunutze gemacht, dass, wie aus dem Zusammenhang (2.29) zu entnehmen ist, die Phase eines dispersionsfreien Interferenzsignals durch die Dicke d , den wellenlängenabhängigen Brechungsindex $n(\lambda)$ des dispersiven Elements und der optischen Wegdifferenz δ charakterisiert wird. Dementsprechend verändert sich die Frequenz des Interferenzsignals so, dass die Frequenz, mit der das Signal oszilliert umso höher ist, umso dicker das dispersive Element ist. In Abbildung 2-11 wurde dieses Verhalten für N-BK7 Glas für die Dicken 1 mm

(I), 3 mm (II) und 5 mm (III) simuliert [4]. In dieser Abbildung ist zudem erkennbar, dass sich die Periodizität des Signals über der Wellenlänge ändert und zu einem Minimum an der sogenannten Äquivalenzwellenlänge $\lambda_{\text{äq}}$ tendiert. Hierbei ist zu bemerken, dass die Äquivalenzwellenlänge von der optischen Wegdifferenz der Interferometerarme abhängig ist. [4] Für das Beispiel in Abbildung 2-10 liegt $\lambda_{\text{äq}}$ bei $0,6 \mu\text{m}$.

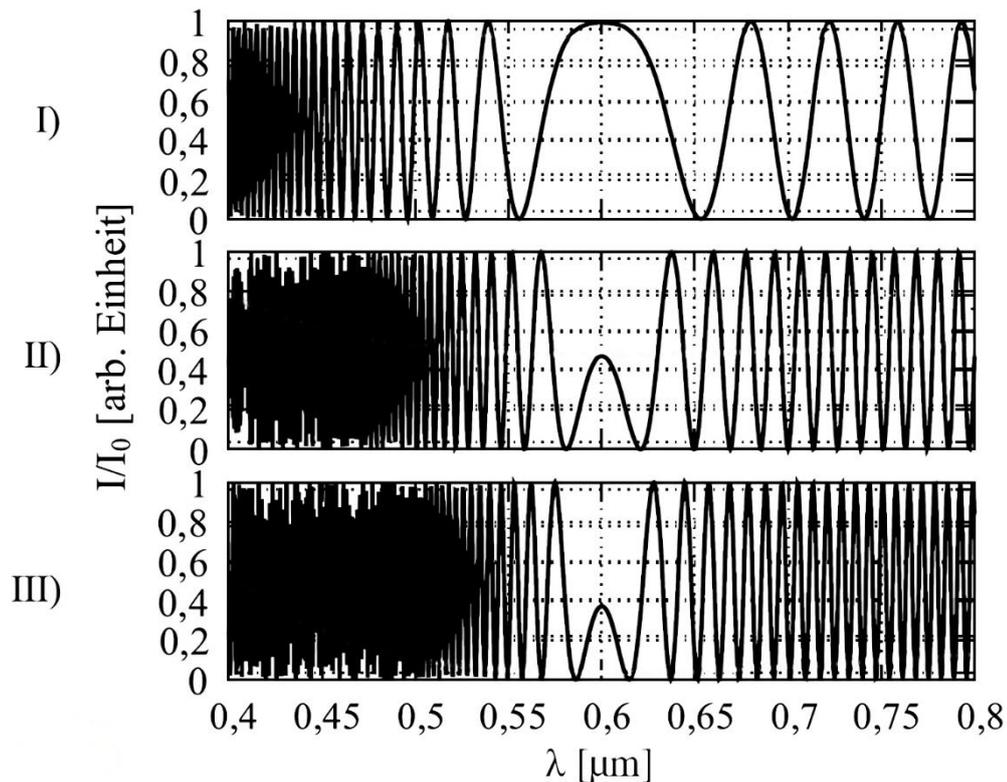


Abb. 2-11: Simuliertes Interferenzsignal für N-BK7 Glas mit $\lambda_{\text{äq}} = 0,6 \mu\text{m}$ für I) $d = 1 \text{ mm}$, II) $d = 3 \text{ mm}$ und III) $d = 5 \text{ mm}$ auf dem Intervall $[0;1]$ normiert nach Taudt [39]

Unter der Annahme, dass die Probendicke und die optische Wegdifferenz bekannt sind, kann aus der Relation (2.29) in Kombination mit Relation (2.27) der Brechungsindex bestimmt werden. Dazu wird diese zunächst nach der Phase umgeschrieben (Relation (2.31)), wobei φ_{mess} die aus den Messdaten ermittelte Phase repräsentiert und der Term $\gamma(\lambda)$ aufgrund der Hell- und Dunkelfeldkorrektur mit 1 angenommen wird.

$$\varphi_{\text{mess}} = \cos^{-1} \left(\frac{I(\lambda)}{I_0(\lambda)} - 1 \right) = 2\pi \cdot \frac{[n_{\text{DE}}(\lambda) - 1] d_{\text{DE}} - \delta}{\lambda} + \varphi_{\text{off}} \quad (2.31)$$

Bei diesem Ansatz sind die Werte, welche die Phase annehmen kann, nicht auf einen Intervall von $[0, \pi]$ begrenzt und sind dementsprechend mehrdeutig. Um diese Mehrdeutigkeit zu lösen,

muss der korrekte Quadrant ausgewählt werden. Um dies zu umgehen, wird bei dieser Methode (WPDE) stattdessen eine lokale Signalanalyse in einem eingegrenzten Spektralbereich (BVI – Bereich von Interesse) um das Phasenminimum an der Stelle der Ausgleichswellenlänge λ_{eq} durchgeführt. Für das Interferenzsignal in Abbildung 2-11 I) würde es sich hierbei beispielsweise in etwa um den Intervall $\lambda = [0,55; 0,65]$ μm . Der BVI kann hierbei über verschiedene Methoden ermittelt werden. Des Weiteren ist die Offset-Phase φ_{off} unbekannt. Durch die Bildung der Ableitung der lokalen Phase im BVI nach der Wellenlänge kann dieser Term eliminiert werden. Daraus ergibt sich somit:

$$\frac{\partial \varphi_{lok}}{\partial \lambda} = \frac{2\pi}{\lambda^2} \left(\frac{\partial n}{\partial \lambda} \cdot d_{DE} \cdot \lambda_{lok} - [(n_{DE}(x, \lambda_{lok}) - 1) \cdot d_{DE} - \delta] \right) \quad (2.32)$$

wobei der BVI mit dem Index lok (lokal) denotiert wird. Über den Zusammenhang zwischen dem Brechungsindex und dem Gruppenbrechungsindex (2.19) nach Delbarre et al. [39] kann die Ableitung der lokalen Phase φ'_{lok} wie in (2.33) vereinfacht werden, wobei zur Vereinfachung der Darstellung in den folgenden Relationen die Wellenlängenabhängigkeit des Gruppenbrechungsindex nicht notiert wurde, es sollte aber beachtet werden, dass diese dennoch besteht.

$$\frac{\partial \varphi_{lok}}{\partial \lambda} = \varphi'_{lok} = \frac{2\pi}{\lambda^2} [(1 - n_g^{DE}) \cdot d_{DE} + \delta] \quad (2.33)$$

Für den Fall, dass der Brechungsindex und die optische Wegdifferenz des untersuchten Elements unbekannt sind, ist es möglich über ein zweites dispersives Element mit bekannten Parametern die optische Wegdifferenz zu ermitteln und somit eine Brechungsindexbestimmung des unbekanntes Elements zu ermöglichen. Demnach ist es notwendig die Relation (2.33) entsprechend der Relation (2.34) zu erweitern. Für die Ableitung der Phase folgt:

$$\frac{\partial \varphi_{lok}}{\partial \lambda} = \varphi'_{lok} = \frac{2\pi}{\lambda_{lok}^2} [(1 - n_g^{PR}) \cdot d_{PR}] + \frac{2\pi}{\lambda_{lok}^2} [(1 - n_g^{DE}) \cdot d_{DE} + \delta]. \quad (2.34)$$

Hierbei wird für die Ableitung des Brechungsindex die Relation (2.19) angewandt. Für die Weißlichtinterferometrie ergibt sich somit aus Gleichung (2.33) für den Gruppenbrechungsindex des dispersiven Elements:

$$n_g^{DE} = 1 - \frac{\kappa}{d_{DE}} \quad (2.35)$$

mit

$$\kappa = \frac{\varphi'_{lok} \cdot \lambda^2}{2\pi} - \delta \quad (2.36)$$

und für die Erweiterung des Probenarmes um ein zusätzliches dispersives Element aus Relation (2.34):

$$n_g^{PR} = 1 - \frac{\lambda^2 \cdot \xi}{2\pi \cdot d_{PR}} \quad (2.37)$$

mit

$$\xi = \varphi'_{lok} - \frac{2\pi}{\lambda_{lok}^2} [(1 - n_g^{DE}) \cdot d_{DE} + \delta] \quad (2.38)$$

Weiterführend kann durch Einsetzen eines geeigneten Fit-Models in Relation (2.19), beispielsweise nach Sellmeier, der mit dem WPDE-Algorithmus ermittelte Gruppenbrechungsindex approximiert werden und mit Hilfe dieser Approximation der Brechungsindex des untersuchten Materials kalkuliert werden. [4] [39]

3. Interferometrische Brechungsindexbestimmung mit WPDE

3.1. Anwendung WPDE-Algorithmus auf Simulationsdaten

In diesem Kapitel wird der WPDE-Algorithmus auf simulierte Interferenzdaten angewandt. Hierfür wurde eine Simulation mit Literaturwerten für die Fälle „ein dispersives Element“ (DE) und „zwei dispersive Elemente im Objektarm“ (DE + PR) durchgeführt, wobei dem simulierten Interferenzsignal kein künstliches Rauschen beigefügt wurde, sodass die Genauigkeit der Methode selbst untersucht werden kann. Dafür wurden die Materialien N-BK7 Glas und Spinell ausgewählt, da diese auch im praktischen Teil dieser Arbeit untersucht werden. Als Materialparameter wurden für die Simulation auch die Parameter der praktisch verwendeten Proben gemäß Tabelle 3-1 genutzt, wobei der Wert für $\delta_{\text{N-BK7}}$ (δ_{DE}) durch Fitten von Messdaten ermittelt wurde, wie in Kapitel 4.1.2. näher erläutert ist.

Tabelle 3-1: Probenparameter für Simulation des Interferenzsignals nach (2.27) und anschließender Gruppenbrechungsindex und Brechungsindexermittlung; Parameter d und δ für N-BK7 wurden aus dem Messdatenfit entnommen und $z_{\text{ref,corr}}$ ergibt sich aus der Änderung der Weglänge des Referenzarms von dem Grundzustand bei Luft.

	Dicke d [μm]	δ [μm]	$z_{\text{ref,corr}}$ [μm]
N-BK7	4137	2243,6	7700,9
Spinell	5895	1696,65	5429,4

Das Interferenzsignal wurde gemäß der Relation (2.27) mit $I_0 = 0,5$ und $\gamma(\lambda) = 1$ simuliert, wobei I_0 hier als ein Skalierungsfaktor fungiert. Für den Fall „ein dispersives Element im Objektarm“ wurde die Phase hierbei mit der Relation (2.28) mit den Parametern aus Tabelle 3-1 für N-BK7 berechnet. Der wellenlängenabhängige Brechungsindex wurde dabei über die Sellmeierrelation (3.1) mit den Parametern aus Tabelle 3-2 ermittelt.

$$n^2 - 1 = \sum_{i=1}^3 \frac{A_i \cdot \lambda^2}{\lambda^2 - B_i} \quad (3.1)$$

Da in der experimentellen Bestimmung des Brechungsindex von Spinell die Konfiguration DE + PR verwendet wird, wurde für diese theoretische Betrachtung für das Interferenzsignal der Phasenterm gemäß Relation (2.30) mit N-BK7 als „zusätzliches dispersives Element“ DE und Spinell als „Probe“ PR simuliert. Die genutzten Probenparameter sind dabei Tabelle 3-1 zu entnehmen und die wellenlängenabhängigen Brechungsindexe $n_{\text{DE}}(\lambda)$ und $n_{\text{PR}}(\lambda)$ wurden

respektiv gemäß den Relationen (3.1) für N-BK7 Glas (DE) und (3.2) für Spinell (PR) mit den Sellmeierkoeffizienten aus Tabelle 3-2 berechnet. Die resultierenden Interferenzsignale sind in Abbildung 3-1 dargestellt.

$$n^2 - 1 = \sum_{i=1}^2 \frac{A_i \cdot \lambda^2}{\lambda^2 - B_i^2} \quad (3.2)$$

Tabelle 3-2: Sellmeierkoeffizienten für N-BK7 Glas und stöchiometrischen Spinell für deren wellenlängenabhängigen Brechungsindex

Sellmeierkoeffizienten	N-BK7 (Schott)	Ref.	Spinell (stöchiometrisch)	Ref.
A ₁	1,03961212		1,8938	
A ₂	0,231792344		3,0755	
A ₃	1,01046945	[47],	-	[35],
B ₁	0,00600069867	[48]	0,09942	[48]
B ₂	0,0200179144		15,826	
B ₃	103,560653		-	

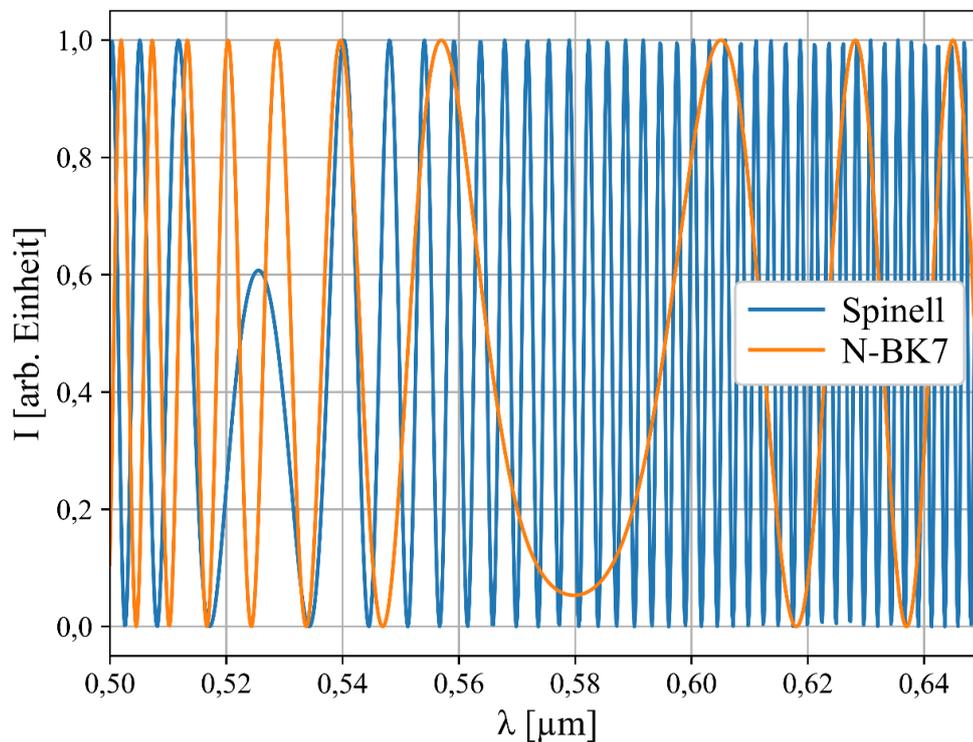


Abb. 3-1: Simulation des Interferenzsignals für die Konfigurationen DE (N-BK7) und DE+PR (N-BK7+Spinell) mit Normierung auf den Bereich [0:1]

Wie in Abbildung 3-1 erkennbar fällt die Position der Äquivalenzwellenlänge und somit der Bereich von Interesse (BVI) (Abb. 3-2) abhängig von den Probeneigenschaften und der genutzten Konfiguration unterschiedlich aus. Um den jeweiligen BVI systematischer

bestimmen zu können, wurde eine Peak-Analyse durchgeführt (Abb. 3-2). Hierbei wird ermittelt, zwischen welchen zwei Maxima oder Minima die aus dem Interferenzsignal extrahierte Phase die geringste Frequenz aufweist. Das Extremum am Punkt der Äquivalenzwellenlänge wird bei dieser Methode dabei nicht berücksichtigt, weil es in Relation zu den anderen Peaks schwächer ausgeprägt ist.

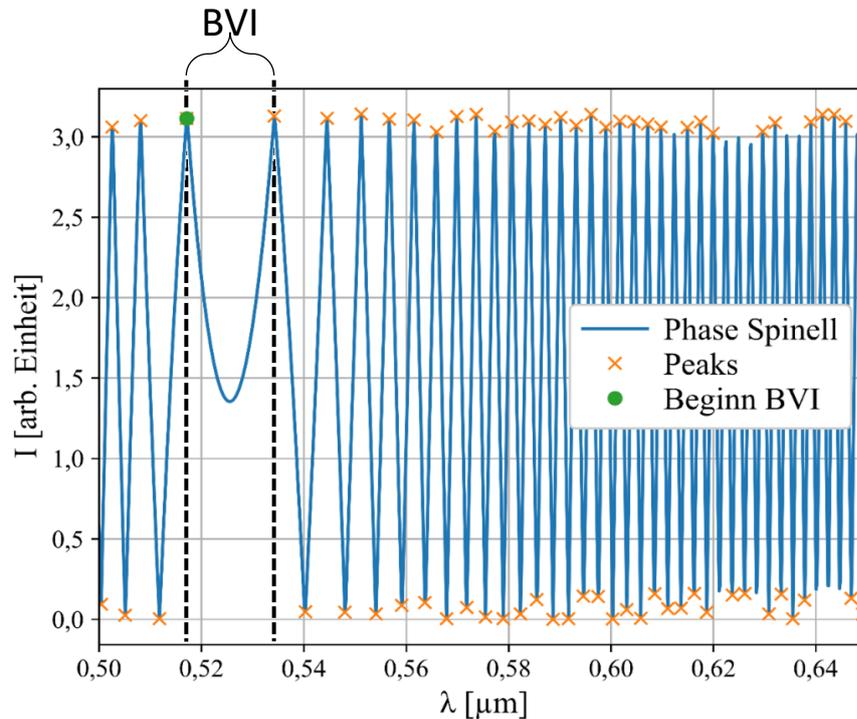


Abb. 3-2: Verpacktes Phasensignal des simulierten Interferenzsignal für Spinell mit markierten Peaks (orange x) und Markierung für den Peak, wo die RVI beginnt (grün o) - linker Peak neben der Äquivalenzwellenlänge

Aus dem Interferenzsignal wird über den Kosinus die Phase extrahiert. Um weiterführend den Brechungsindex zu ermitteln, wird zunächst die erste Ableitung der extrahierten Phase für den Bereich um die Äquivalenzwellenlänge (BVI) gebildet, um den Phasenoffset, wie in Kapitel 2.3.2. erläutert, zu eliminieren. Des Weiteren ist fortführend zu beachten, dass abhängig davon, ob sich an der Stelle der Äquivalenzwellenlänge in der Phase ein Maximum oder Minimum befindet, der ersten Ableitung entsprechend der Vorschrift (3.3) ein negatives oder positives Vorzeichen zugeordnet werden muss. Dies ist erforderlich, um die physikalische Richtigkeit zu bewahren und die Ermittlung des Gruppenbrechungsindex nach den in Kapitel 2.2.4. aufgeführten Relationen zu ermöglichen. Die genaue Handlungsabfolge ist in dem Flussdiagramm 3-3 dargestellt.

$$\varphi(\lambda_{\text{äq}}) = \begin{cases} \text{Maximum: } -\varphi'(\lambda) \\ \text{Minimum: } +\varphi'(\lambda) \end{cases} \quad (3.3)$$

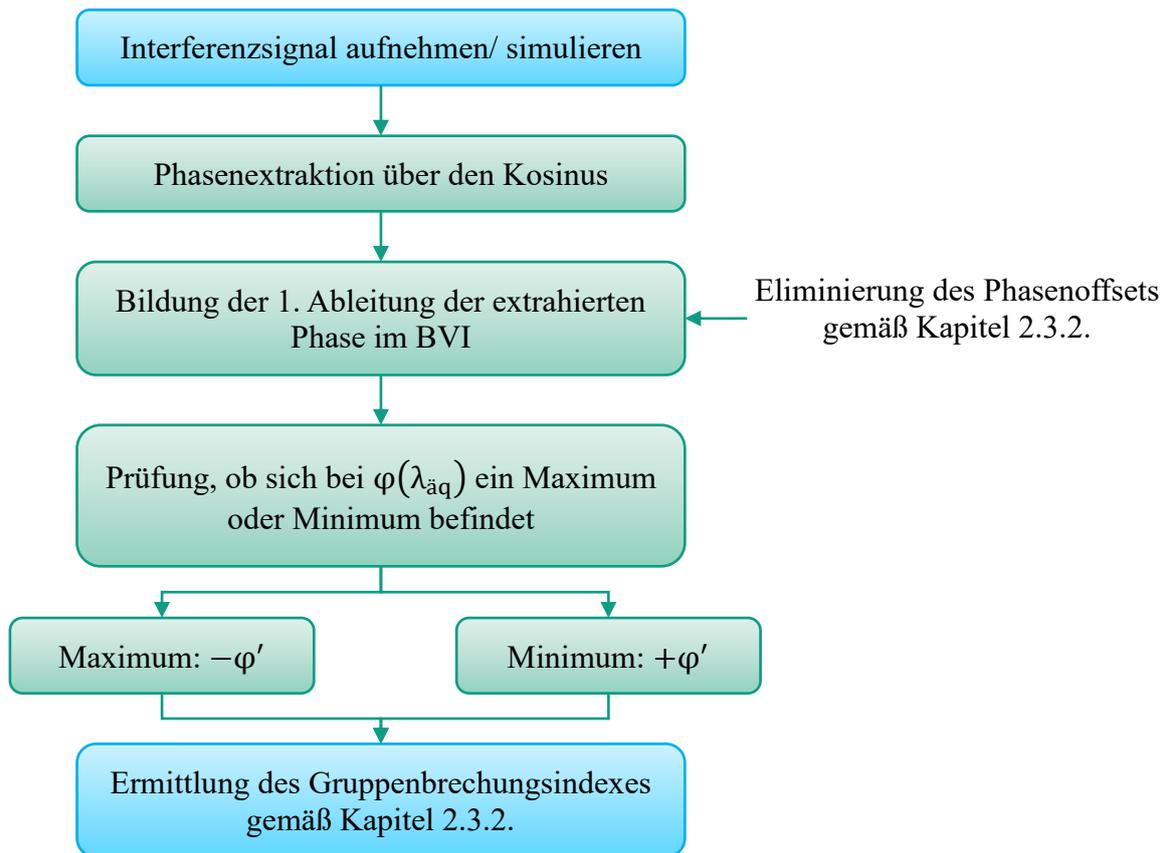


Abb. 3-3: Flussdiagramm zur Ermittlung des Gruppenbrechungsindexes aus einem Interferenzsignal mit dem WPDE-Algorithmus

3.1.1. Brechungsindexbestimmung aus idealen simulierten Daten für N-BK7 Glas

Für eine Probe aus N-BK7 Glas mit einer Dicke von 4137 μm liegt die Äquivalenzwellenlänge bei 581 nm und der darum liegende BVI umfasst insgesamt 48,06 nm. Um den wellenlängenabhängigen Gruppenbrechungsindex in diesem Bereich zu berechnen, wird für diese Konfiguration (ein dispersives Element) die Funktion (2.35) in Kombination mit Relation (2.36) verwendet. Wie in Kapitel 2.3. beschrieben, wird der Brechungsindex über den Zusammenhang (2.19) zwischen dem Brechungsindex und dem Gruppenbrechungsindex bestimmt. Dazu wird der mit dem WPDE-Algorithmus ermittelte Gruppenbrechungsindex mit einer modifizierten Sellmeierrelation (3.5) approximiert. Hierbei wird die Sellmeierrelation welche den Brechungsindex des untersuchten Materials beschreibt und über den Zusammenhang (2.19) für den Gruppenbrechungsindex umformuliert. Für N-BK7 Glas wird somit die Relation (2.19) mit der Sellmeiergleichung (3.1) folgendermaßen erweitert:

$$n_g(\lambda) = n(\lambda) - \frac{G(\lambda)}{2n(\lambda)} \cdot \lambda \quad (3.4)$$

Mit $G(\lambda) = \sum_{i=1}^3 \frac{-2A_i B_i \lambda}{(\lambda^2 - B_i)^2}$ ergibt sich für den Gruppenbrechungsindex von N-BK7 Glas:

$$n_g^{\text{DE}}(\lambda) = \sqrt{\sum_{i=1}^3 \frac{A_i \lambda^2}{\lambda^2 - B_i} + 1} - \frac{\sum_{i=1}^3 \frac{-2A_i B_i \lambda}{(\lambda^2 - B_i)^2}}{2 \cdot \sqrt{\sum_{i=1}^3 \frac{A_i \lambda^2}{\lambda^2 - B_i} + 1}} \cdot \lambda \quad (3.5)$$

Die Herleitung hierfür befindet sich im Anhang D.1. Der aus den simulierten Daten ermittelte Gruppenbrechungsindex von N-BK7 Glas und dessen Approximation nach (3.5) wurde in Abbildung 3-4 **a)** dem theoretischen $n_g^{\text{DE}}(\lambda)$ gegenübergestellt. Die resultierende Approximationskurve hat eine mittlere quadratische Abweichung (RMSE) von $9,22 \cdot 10^{-6}$ arb. Einheiten von dem theoretischen Gruppenbrechungsindex. In Abbildung 3-4 **b)** ist jedoch zu erkennen, dass auch in der fünften Kommastelle Abweichungen auftreten. Es ist somit zu schlussfolgern, dass mit dieser Methode für die Ermittlung von $n_g^{\text{DE}}(\lambda)$ eine Genauigkeit bis zur vierten Kommastelle möglich ist.

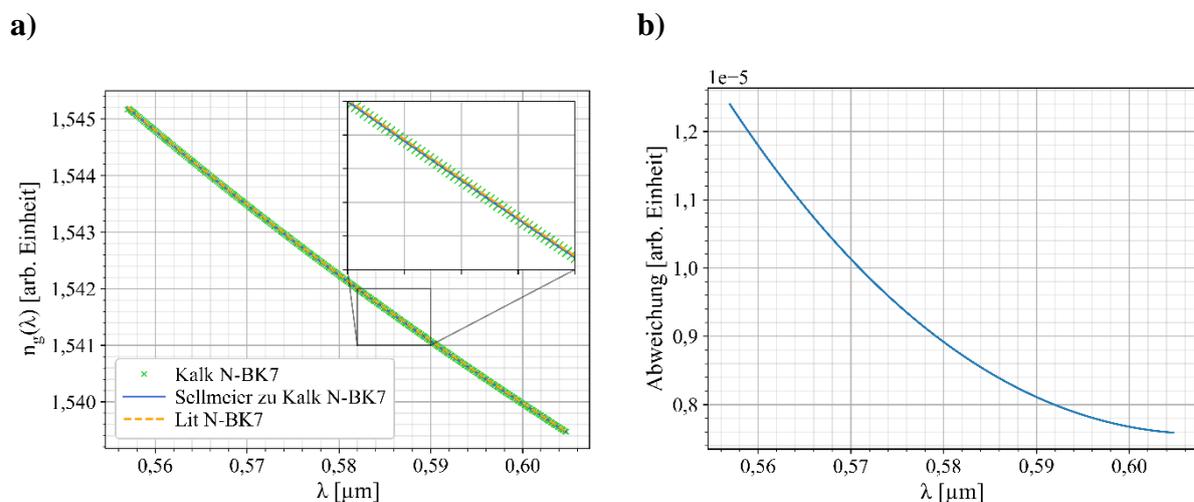


Abb. 3-4: **a)** Gegenüberstellung des aus der Simulation (Abb.3-1) mit dem WPDE-Algorithmus ermittelten Gruppenbrechungsindex für N-BK7 Glas (grün), dessen Sellmeier-Approximation (blau) mit dem theoretischen Gruppenbrechungsindex für N-BK7 Glas aus Literaturdaten (orange) im BVI; **b)** Abweichung der $n_g^{\text{DE}}(\lambda)$ – Approximationskurve von dem theoretischen $n_g^{\text{DE}}(\lambda)$ im BVI

Wie oben bereits erwähnt, wird die Sellmeier-Approximationsfunktion für den Gruppenbrechungsindex über die Sellmeierrelation für den Brechungsindex bestimmt. Dementsprechend ist es möglich, die bei der Approximation des Gruppenbrechungsindex berechneten, Koeffizienten auf die Sellmeierfunktion für den Brechungsindex, in diesem Fall

Relation (3.1), zu übertragen. Es ist hierbei jedoch zu beachten, dass diese Koeffizienten nur für diese spezifische Probe gelten und nicht im Allgemeinen für die Ermittlung des Brechungsindex von N-BK7 Glas verwendet werden können. Die resultierende Approximationskurve wurde anschließend mit dem theoretischen Brechungsindex aus Literaturangaben [47], [48] verglichen (Abb. 3.5 a)).

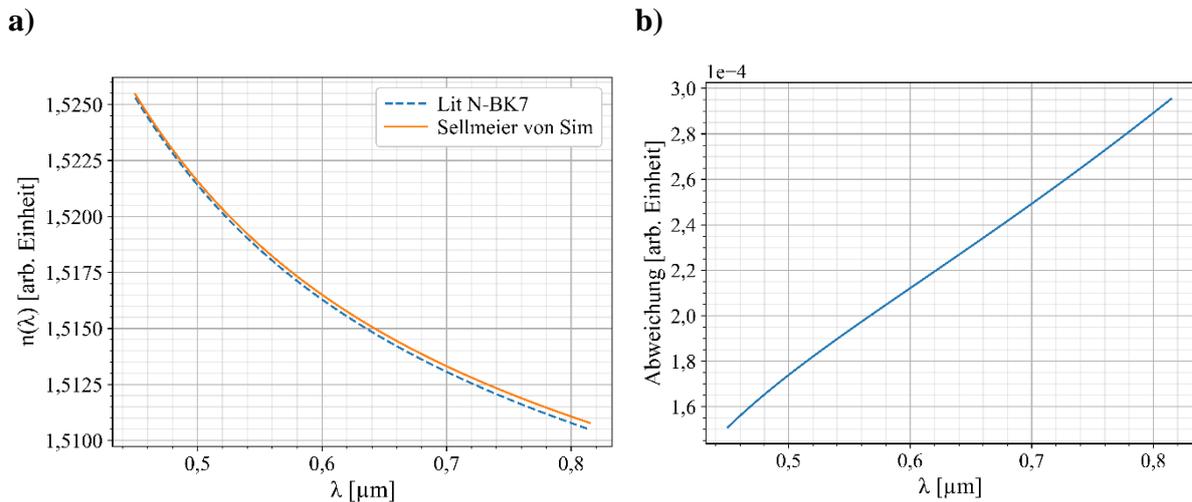


Abb. 3-5: a) Vergleich Sellmeier-Approximation aus WPDE mit theoretischem Brechungsindex für N-BK7 Glas [47]; b) Abweichung der Sellmeier-Approximationskurve nach (3.1) von der Theorie für N-BK7 Glas [47]

In Abbildung 3-5 a) ist erkennbar, dass der mit dem WPDE-Algorithmus ermittelte Brechungsindex von dem Brechungsindex aus der Literatur [47], [48] geringfügig abweicht, wobei die Abweichung für höhere Wellenlängen größer ist. In Abbildung 3-5 b) ist dies noch einmal verdeutlicht, indem die Abweichung über der Wellenlänge aufgetragen wurde. Es ist ersichtlich, dass es zu Abweichungen in der vierten Kommastelle mit einer mittleren Abweichung von $2,41 \cdot 10^{-4}$ arb. Einheiten im BVI und einer mittleren quadratischen Abweichung von $2,64 \cdot 10^{-4}$ arb. Einheiten über einen Wellenlängenbereich von 450 nm – 800 nm kommt. Damit ist die Abweichung hier etwas größer als bei der Approximation des Gruppenbrechungsindex, unterscheidet sich aber nur geringfügig bei der Erweiterung des betrachteten Wellenlängenbereichs. Es ist somit theoretisch möglich, mit dieser Methode den Brechungsindex auf eine Genauigkeit von $\pm 0,0002$ arb. Einheiten für einen breiten Wellenlängenbereich im visuellen Spektralbereich zu ermitteln. Die Ursache für die Abweichungen liegt dabei in der Anwendung einer Sellmeier-Approximation auf dem mit dem WPDE-Algorithmus ermittelten Gruppenbrechungsindex zur Ermittlung des Brechungsindex von N-BK7 Glas.

3.1.2. Brechungsindexbestimmung aus idealen simulierten Daten für Spinell

Um den Brechungsindex von Spinellproben in der Praxis zu ermitteln, wird die Konfiguration „zwei dispersive Elemente im Objektarm“ verwendet (Abb. 3-9). Für die Auswertung der simulierten Interferenzdaten wird ebenfalls diese Konfiguration eingesetzt. Für eine Spinellprobe mit einer Dicke von 5895 μm in Kombination mit einer N-BK7-Probe von 4137 μm Dicke (Tabelle 3-1) liegt die Äquivalenzwellenlänge bei 525,5 nm und der BVI umfasst insgesamt 17,13 nm (Abb. 3-2). Der BVI ist hier signifikant kleiner als bei der Simulation in Kapitel 3.2.1., was darauf zurückzuführen ist, dass die Gesamtdicke aller im Objektarm befindlicher dispersiver Objekte signifikant größer ist und somit die Oszillationsfrequenz des Interferenzsignals auch wesentlich größer ausfällt (Abb. 3-1). Für die Berechnung des Gruppenbrechungsindex wird für diese Konfiguration (zwei dispersive Elemente) die Gleichung (2.37) in Kombination mit der Relation (2.38) verwendet, wobei der Gruppenbrechungsindex des dispersiven Elements $n_g^{\text{PR}}(\lambda)$ gemäß Relation (3.6) mit den entsprechenden Koeffizienten für Spinell aus Tabelle 3-2 beschrieben wird. Analog zu Kapitel 3.1.1. wird auch hier der Brechungsindex über den Zusammenhang (2.19) zwischen dem Brechungsindex und dem Gruppenbrechungsindex bestimmt. Da der Brechungsindex von Spinell ebenfalls mit einer ähnlichen Sellmeierrelation wie der Brechungsindex von N-BK7 Glas beschreiben wird, wird auch hier die Relation (2.19) entsprechend erweitert. Mit $G(\lambda) = \sum_{i=1}^2 \frac{-2A_i B_i \lambda}{(\lambda^2 - B_i^2)^2}$ ergibt sich somit für den Gruppenbrechungsindex von Spinell:

$$n_g^{\text{PR}}(\lambda) = \sqrt{\sum_{i=1}^2 \frac{A_i \lambda^2}{\lambda^2 - B_i^2} + 1} - \frac{\sum_{i=1}^2 \frac{-2A_i B_i^2 \lambda}{(\lambda^2 - B_i^2)^2}}{2 \cdot \sqrt{\sum_{i=1}^2 \frac{A_i \lambda^2}{\lambda^2 - B_i^2} + 1}} \cdot \lambda \quad (3.6)$$

Die Herleitung hierfür befindet sich im Anhang D.2. Der ermittelte Gruppenbrechungsindex von Spinell und die dazugehörige Approximationskurve gemäß (3.6) wurde in Abbildung 3-6 a) dem theoretischen Gruppenbrechungsindex aus Literaturwerten [3] gegenübergestellt. Dabei ergibt sich für die Sellmeier-Approximation von $n_g^{\text{PR}}(\lambda)$ eine mittlere quadratische Abweichung von $2,76 \cdot 10^{-5}$ arb. Einheiten von der Literatur [35],[41], wie in Abbildung 3-6 b) ersichtlich. Somit ist mit dieser Methode für die Konfiguration „zwei dispersive Elemente im Objektarm“

ebenfalls eine Ermittlung von $n_g^{PR}(\lambda)$ mit einer Genauigkeit bis zur vierten Kommastelle möglich.

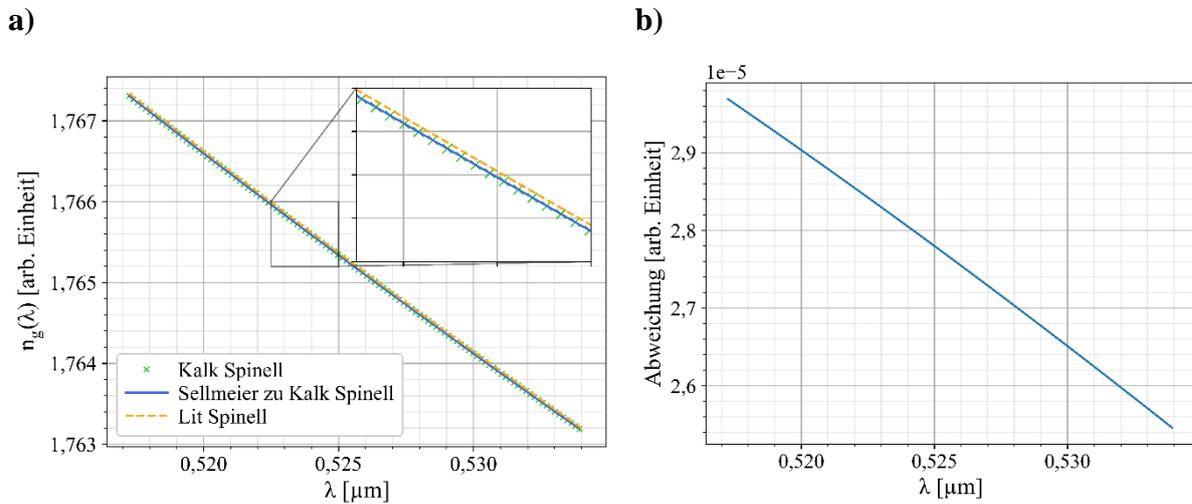


Abb. 3-6: a) Gegenüberstellung des aus der Simulation (Abb.3-1) mit dem WPDE-Algorithmus ermittelten Gruppenbrechungsindex für Spinell (grün), dessen Sellmeier-Approximation (blau) mit dem theoretischen Gruppenbrechungsindex für Spinell aus Literaturdaten (orange) im BVI; b) Abweichung des $n_g^{PR}(\lambda)$ – Approximationskurve von theoretischer Erwartung im BVI

Analog zu Kapitel 3.1.1. wird auch hier der Brechungsindex über die Sellmeier-Approximation des Gruppenbrechungsindex ermittelt. Die Sellmeierkoeffizienten werden in diesem Fall auf die Relation (3.2) übertragen. Die resultierende Approximationskurve wurde anschließend mit dem theoretischen Brechungsindex aus Literaturangaben [35],[41] verglichen (Abb. 3.7 a)).

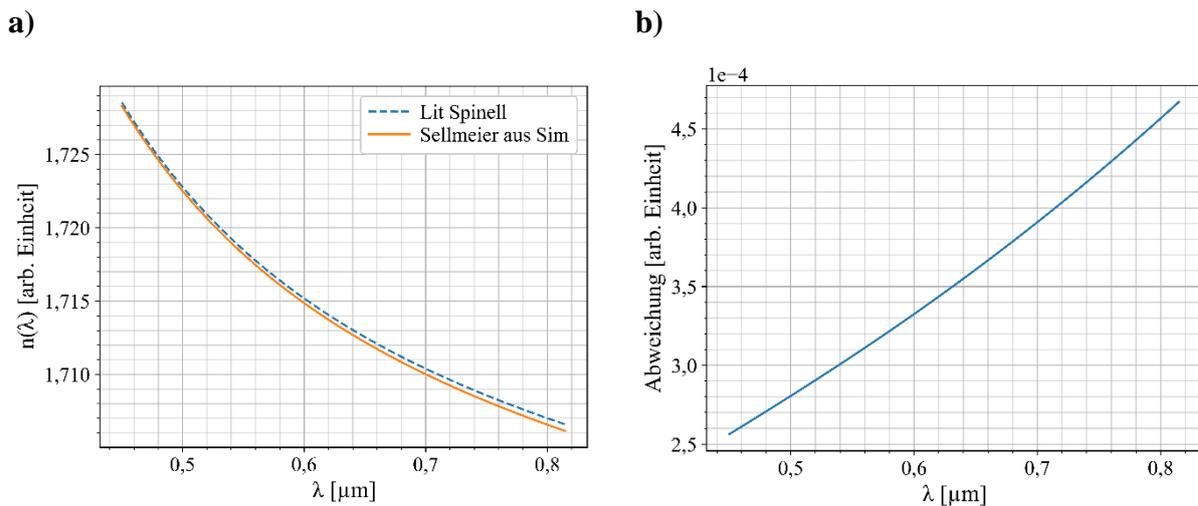


Abb. 3-7: a) Vergleich Sellmeier-Approximation aus WPDE mit theoretischem Brechungsindex für Spinell; b) Abweichung der Sellmeier-Approximationskurve nach (3.2) von der Theorie für Spinell [3]

Analog zu der Simulation mit N-BK7 Glas in Kapitel 3.1.1. tritt auch hier eine Abweichung des mit dem WPDE-Algorithmus ermittelten Brechungsindex von dem Brechungsindex aus der Literatur [35],[41] auf, wie in Abbildung 3-7 **a)** ersichtlich ist. Mit dem Unterschied, dass der ermittelte Brechungsindex hier etwas geringer ausfällt als der theoretische Brechungsindex, was für den Fall „ein dispersives Element“ mit N-BK7 Glas genau umgekehrt der Fall war. Aus Abbildung 3-7 **b)** ist weiterführend zu entnehmen, dass es auch in dieser Konfiguration zu Abweichungen in der vierten Kommastelle des Brechungsindex mit einer mittleren Standardabweichung von $2,93 \cdot 10^{-4}$ arb. Einheiten im BVI und einer mittleren quadratischen Abweichung von $3,54 \cdot 10^{-4}$ arb. Einheiten über einen Wellenlängenbereich von 450 nm – 800 nm kommt. Anzumerken ist hierbei, dass der Unterschied zwischen der mittleren Standardabweichung im BVI und der mittleren Standardabweichung über einen größeren Wellenlängenbereich fast dreimal so groß ist, wie bei der Simulation mit einem dispersiven Element im Objektarm im vorherigen Teilkapitel. Dennoch ist dieser Unterschied recht gering, sodass es mit dieser Methode theoretisch möglich ist, den Brechungsindex auf eine Genauigkeit von $\pm 0,0003$ arb. Einheiten für einen breiten Wellenlängenbereich im visuellen Spektralbereich zu ermitteln.

3.1.3. Rauschresistenz des Algorithmus

In den vorangehenden Teilkapiteln wurde die Methode zur Ermittlung des Brechungsindex nach Kapitel 2.3.2. anhand ideal simulierter Messdaten getestet, wobei der mit dem WPDE-Algorithmus ermittelte Gruppenbrechungsindex eine eindeutige Übereinstimmung mit den Literaturdaten [35], [41], [48] aufweist, bei der Sellmeier-Approximation jedoch geringfügige Abweichungen auftreten. Um herauszufinden, wie sich die Methode bei nicht idealen realen Messdaten verhält, wurde in diesem Teilkapitel folglich die Rauschresistenz des WPDE-Algorithmus und der Sellmeier-Approximation untersucht. Zu diesem Zweck wurde ein nach Kapitel 3.1.1. simuliertes Interferenzsignal mit willkürlich geniertem weißem Rauschen von -25,2 dB versetzt (Abb. 3-8 **a)**) und der WPDE-Algorithmus gemäß Diagramm 3-3 darauf angewendet. Demnach wurde zunächst der BVI bestimmt und die erste Ableitung der Phase in diesem Bereich ermittelt (Abb. 3-8 **b)**). Des Weiteren wurde ein Savitzky-Golay-Filter angewendet, um das Rauschen zu minimieren (Abb. 3-8 **b)**). Aus diesem gefilterten Signal wurde gemäß Relation (2.35) anschließend der Gruppenbrechungsindex ermittelt (Abb. 3-9 **a)**).

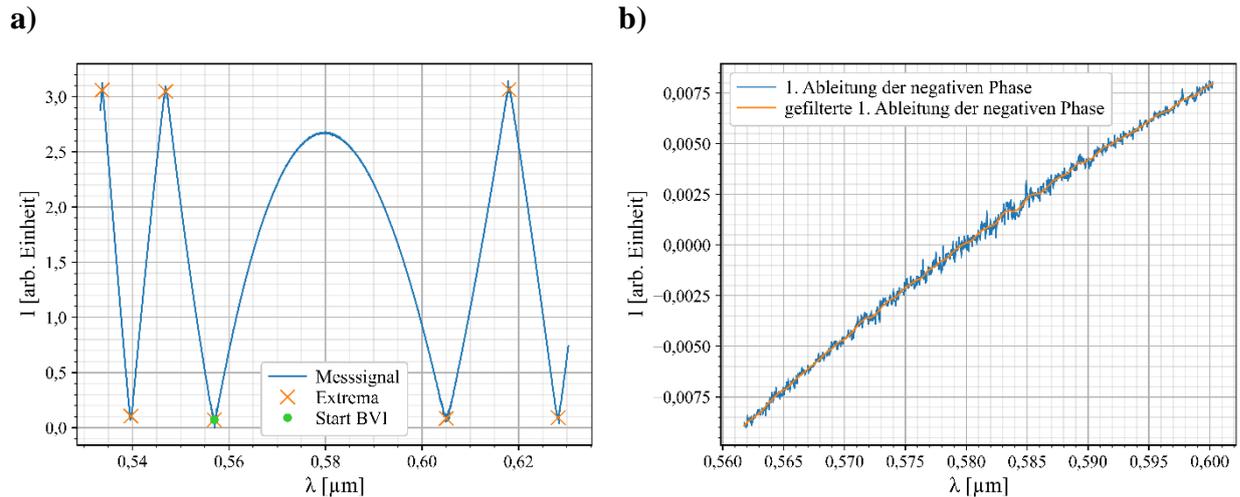


Abb. 3-8: **a)** Simulation eines Interferenzsignals für N-BK7 Glas mit geringem weißem Rauschen; **b)** erste Ableitung des Interferenzsignals aus **a)** im BVI (blau) und Glättung dieses Signals mittels eines Savitzky-Golay-Filters (orange)

Da im Verlauf dieser Arbeit der orts- und wellenlängenabhängige Brechungsindex $n(\lambda, x)$ von verschiedenen Spinell-Proben ermittelt werden soll, wird in dem Messaufbau ein abbildendes Spektrometer verwendet. Dementsprechend wird mit einer Messung nicht nur ein Interferenzspektrum aufgenommen, sondern ein Interferenzbild, welches sich aus einer Vielzahl von Spektren $I(\lambda)$ über einem Probenbereich x zusammensetzt. Um dies nachzuempfinden wurde eine Matrix aus 1000 Interferenzspektren mit randomisiertem weißem Rauschen mit einem Signal-Rausch-Abstand (SNR) von -25,2 dB simuliert. Die ermittelten Gruppenbrechungsindexe für alle 1000 Spektren sind in Abbildung 3-9 **a)** dargestellt. Hierbei wird ersichtlich, dass sie mit einer Wurzel der mittleren quadratischen Abweichung (RMSE) von $1,6 \cdot 10^{-5}$ arb. Einheiten gut mit dem Gruppenbrechungsindex aus der Literatur übereinstimmen. Weiterführend wurden die $n_g(\lambda)$ für alle 1000 Spektren mit der Sellmeier-Relation (3.6) approximiert. Das Resultat hierzu ist in Abbildung 3-9 **b)** dargestellt. Es ist eine nahezu eindeutige Übereinstimmung der Approximationskurven mit den Literaturwerten festzustellen. Die über 1000 Spektren gemittelte RMSE beträgt hier $6,9 \cdot 10^{-6}$ arb. Einheiten. In Abbildung 3-9 **c)** ist die relative Abweichung des mit WPDE ermittelten Gruppenbrechungsindex und der Sellmeierapproximation stellvertretend für eins der 1000 simulierten Spektren dargestellt. Daraus lässt sich entnehmen, dass der ermittelte Gruppenbrechungsindex über den betrachteten Wellenlängenbereich annähernd gleich stark von den Literaturdaten abweicht. Bei der Sellmeierapproximation hingegen, gibt es eine Wellenlänge, für die die relative Abweichung von der Literatur gleich Null ist und die Abweichung ausgehend von diesem Punkt in beide Richtungen wächst. Aus diesem Verhalten lässt sich schlussfolgern, dass die Sellmeierapproximationskurve nicht den gleichen Anstieg

hat, wie der mit WPDE ermittelte Gruppenbrechungsindex, sondern die $n_g(\lambda)$ -Kurve in einem Punkt schneidet. In dem betrachteten Wellenlängenbereich ist dies vernachlässigbar, da diese Abweichung im Bereich von wenigen 10^{-6} arb. Einheiten liegt. Es ist jedoch zu beachten, dass die Abweichung des Anstiegs relevant wird, wenn man diese approximierte Sellmeierrelation zur Berechnung des Gruppenbrechungsindexes für Wellenlängen, die weiter weg von diesem Schnittpunkt liegen, verwendet. Dies ist in Abbildung 3-9 **d)** beispielsweise für ein Spektrum dargestellt, wo bei 400 nm eine deutliche stärkere Abweichung der Sellmeier-Approximation von der Literatur als bei höheren Wellenlängen erkennbar ist. Die Schnittpunktwellenlänge ist für jedes Spektrum unterschiedlich, befindet sich jedoch immer im mittleren Drittel des BVI.

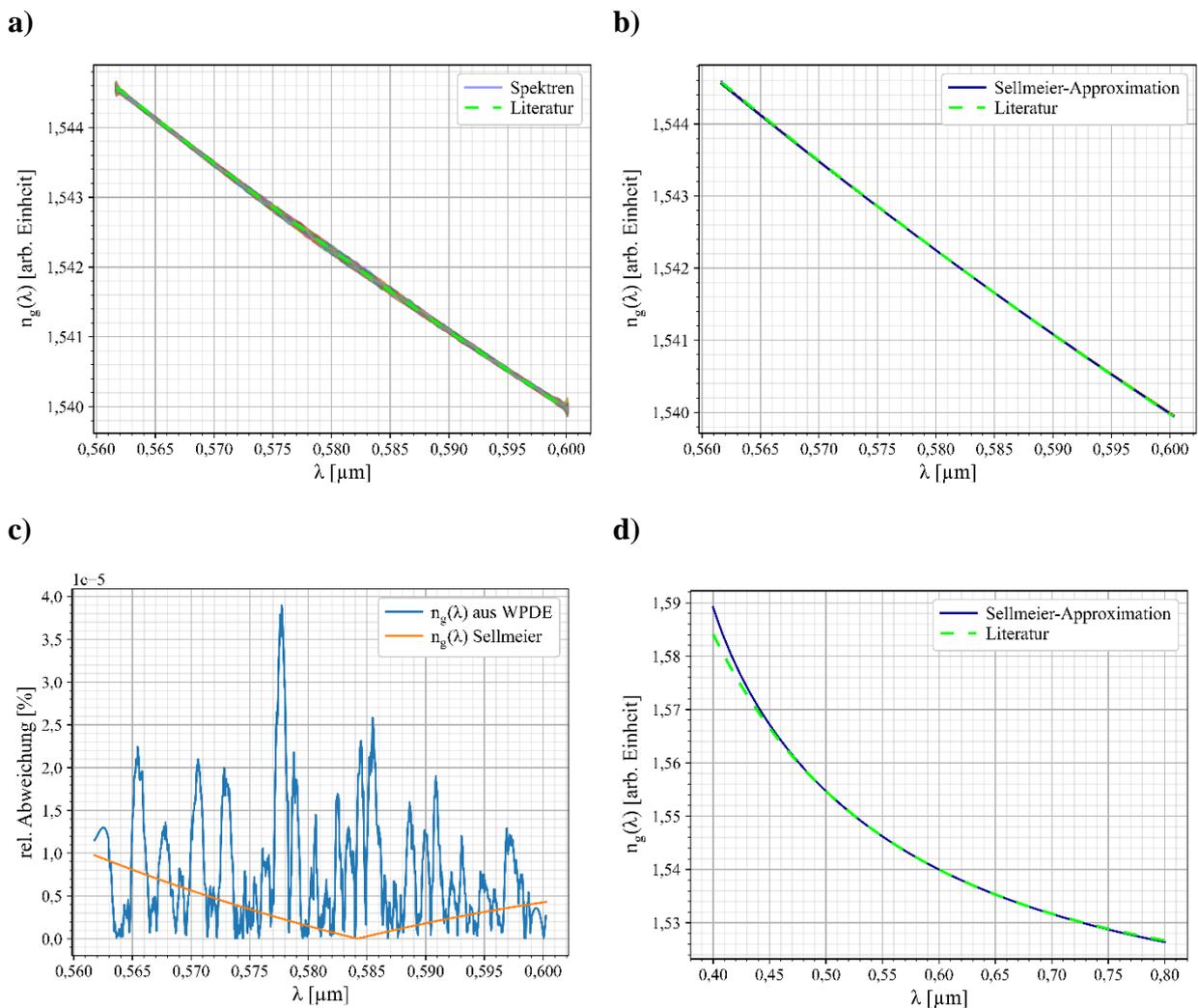


Abb. 3-9: **a)** Aus WPDE-Algorithmus berechneter Gruppenbrechungsindex von N-BK7 Glas für 1000 simulierte Interferenzspektren; **b)** Sellmeier-Approximation von $n_g(\lambda)$ gemäß Relation (3.5) der simulierten Spektren im Vergleich zur Literatur; **c)** relative Abweichung des ermittelten Gruppenbrechungsindexes und dessen Sellmeier-Approximation gemäß Relation (3.5) für ein stellvertretendes simuliertes Spektrum aus a) von der Literatur; **d)** Sellmeier-Approximation von $n_g(\lambda)$ gemäß Relation (3.5) der simulierten Spektren im Vergleich zur Literatur für einen erweiterten Wellenlängenbereich für ein stellvertretendes simuliertes Spektrum aus 3-9 von der Literatur

Verwendet man die Sellmeierkoeffizienten, die bei der Approximation des Gruppenbrechungsindex ermittelt wurden, um den Brechungsindex nach Relation (3.1) darzustellen, wird ersichtlich, dass die Verläufe der Brechungsindexkurven für die 1000 Messreihen signifikant unterschieden, wie in Abbildung 3-10 a) ersichtlich ist. Weiterführend ist bei der Betrachtung eines größeren Wellenlängenbereichs als des BVI (hier: 560 nm - 600 nm) (Abb. 3-10 a)) erkennbar, dass es sich dabei nicht um einen einfachen Offset handelt, sondern die Abweichung von der Literatur für größere Wellenlängen (bsw. 800 nm) größer ist als bei kleineren Wellenlängen (bsw. 400 nm). Die Ursache dafür liegt in der Sellmeier-Approximations-Methode. Aufgrund dessen, dass sich der Gruppenbrechungsindex in dem kleinen BVI linear verhält, ist die Komplexität des Approximationsmodells wesentlich höher als die Funktion, die der ermittelte $n_g(\lambda)$ beschreibt. Dies hat zur Folge, dass die kalkulierten Sellmeierkoeffizienten nicht die physikalische Bedeutung aufweisen, die man ihnen üblicherweise zuschreibt, was selbst bei geringem Rauschen zu unterschiedlichen Ergebnissen für $n(\lambda)$ führt. Bildet man jedoch den Mittelwert über eine ausreichend große Anzahl an Messwerten, gemäß Relation (3.7), so ergibt sich ein mittlerer Brechungsindex, welcher mit einem RMSE von $9,17 \cdot 10^{-4}$ arb. Einheiten gut mit den Literaturdaten übereinstimmt (Abb. 3-10). Es wurde durch Variation der Anzahl der simulierten Spektren ermittelt, dass ab ca. 50 Messwerten ein konsistenter mittlerer Brechungsindex mit einer hohen Übereinstimmung mit der Literatur ermittelt werden kann. Es ist demnach möglich mit dieser Methode den Brechungsindex einer Probe bis auf die dritte Kommastelle genau zu berechnen, unter der Voraussetzung, dass ein Datensatz mit einer ausreichend großen Anzahl an Messungen für die Auswertung zur Verfügung steht.

$$\bar{n}(\lambda) = \frac{1}{N} \sum_i^N n_i(\lambda) \quad (3.7)$$

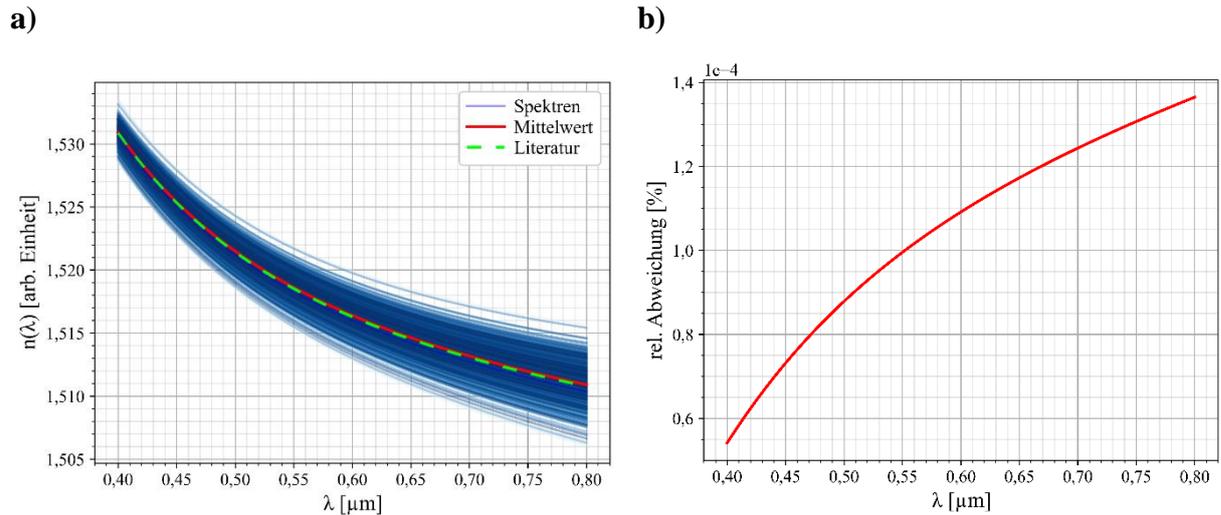


Abb. 3-10: **a)** Brechungsindex von N-BK7 Glas für 1000 Spektren (blau) und der Mittelwert über diese Spektren (rot) ermittelt aus der Sellmeierapproximation des Gruppenbrechungsindex gemäß Relation (2.6) aus simulierten Daten mit weißem Rauschen (I -25,2 dB) im Vergleich mit der Literatur; **b)** relative Abweichung des mittleren Brechungsindex von Literaturdaten

3.2. Messaufbau

3.2.1. Mach-Zehnder-Interferometer

Ein Interferometer ist eine optische Messeinrichtung, welche eine Vermessung von Interferenzen ermöglicht. In einem Interferometer wird elektromagnetische Strahlung aus einer Lichtquelle in zwei Teilstrahlen aufgespaltet, welche nach dem Zurücklegen eines bestimmten Weges überlagert werden. Als Konsequenz sind die kohärenten Teilwellen bei der Überlagerung zueinander phasenverschoben, was zu Interferenz führt. Es gibt dabei verschiedene Aufbaumöglichkeiten. Im Rahmen dieser Arbeit wurde ein Mach-Zehnder-Aufbau realisiert. Ein solches Interferometer ist auf der Basis des Jamin-Interferometers aufgebaut. Im Unterschied zum Jamin-Interferometer sind die vier reflektierenden Flächen beim Mach-Zehnder Interferometer jedoch zueinander beweglich. Die interferierenden Teilstrahlen können somit nach Belieben auseinander- oder zusammengeführt werden. Mittels eines 50:50 Strahlteilers wird das einfallende Licht einer Lichtquelle in zwei Teilstrahlen gleicher Intensität aufgeteilt, dabei wird ein Teilstrahl in einem Winkel von 90° durch Reflexion umgelenkt, der zweite Teilstrahl passiert den Strahlteiler ungehindert. Mit Hilfe von Spiegeln werden die Teilstrahlen nun so abgelenkt, dass sie nach dem Zurücklegen einer bestimmten Strecke wieder mit einem zweiten Strahlteiler zusammengeführt werden. (Abb. 3-11) [49] [50].

Aufgrund der Tatsache, dass anders als beim Michelson-Interferometer die Teilstrahlen nicht wieder auf den ersten 50:50 Strahlteiler zurückreflektiert werden, kann der Strahlenverlauf der Teilstrahlen beliebig zwischen den beiden Strahlteilern eingerichtet werden. Demnach wurden in dem verwendeten Messaufbau zwei Spiegelsysteme mit jeweils drei Spiegeln für die Kurskorrektur zum zweiten Strahlteiler eingesetzt (Abb. 3-11), wobei der Objektarm eine feste Länge hat und die Länge des Referenzarms angepasst werden kann. Das Spiegelsystem des Referenzarms ist dabei so aufgebaut, dass es mit Hilfe einer motorisierten Stage angesteuert und somit z_{ref} entsprechend angepasst werden kann. Des Weiteren befindet sich hinter dem Interferometer ein Linsensystem zur Abbildungskonfiguration aufgebaut aus zwei Achromaten mit einer Brennweite von jeweils 150 mm und 250 mm zur Vergrößerung und Abbildung des untersuchten Probenbereichs auf den Spalt des abbildenden Spektrometers.

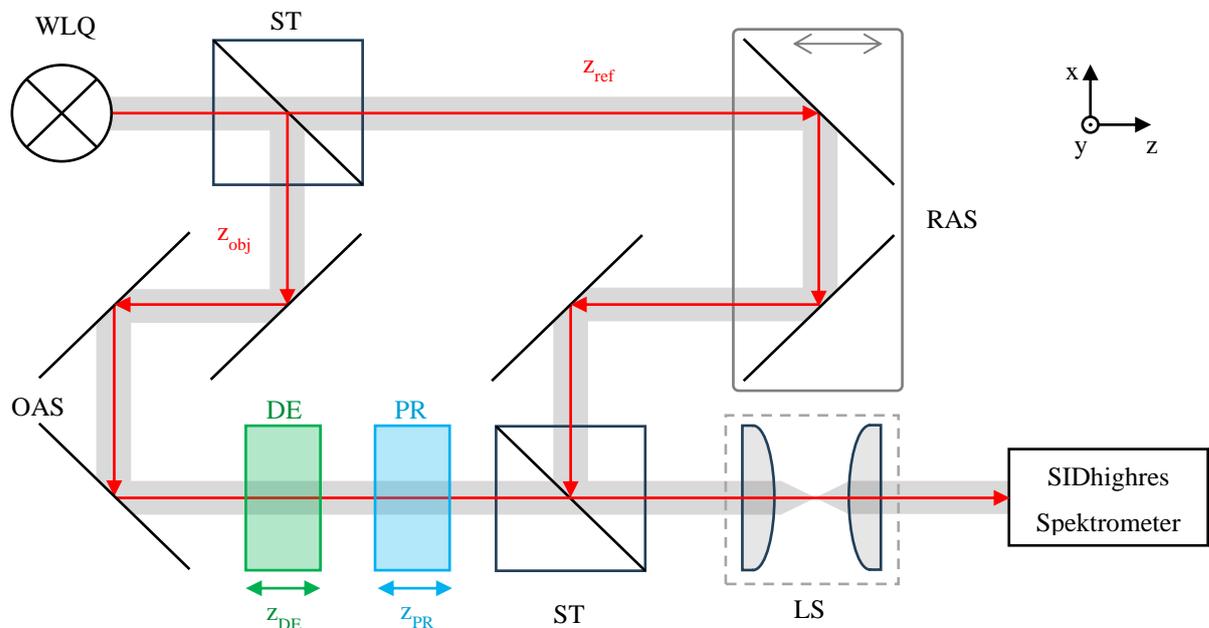


Abb. 3-11: Schematische Darstellung des Messaufbaus aus einem Mach-Zehnder-Interferometer mit einer diodenlaser-gepumpten Weißlichtquelle WLQ, zwei 50:50 Strahlteilern ST, einem festen Objektarm-Spiegelsystem OAS, einem automatisch angesteuerten justierbaren Referenzarm-Spiegelsystem RAS, einem dispersiven Element DE ($N\text{-BK7}$) im Objektarm mit einer Dicke z_{DE} und Brechungsindex $n_{\text{DE}}(\lambda)$, einer darauf folgenden Probe PR (Spinell) mit Dicke z_{PR} und Brechungsindex $n_{\text{PR}}(\lambda)$, welche mit einer Vergrößerung von M (1,6) durch die Abbildungskonfiguration LS mit den Achromaten f_1 ($f = 150$ mm) und f_2 ($f = 250$ mm) abgebildet wird und von dem abbildenden Spektrometer (SIDhighres) aufgenommen wird.

3.2.2. Vorbetrachtung zu dem algebraischen Modell zum Messaufbau

In Kapitel 2.3.1. wurde die Interferenzfunktion für ein Michelson-Interferometer für den Fall einer idealen 50:50 Strahlteilung betrachtet. In diesem Teilkapitel wird sich mit der Herleitung einer allgemeinen Interferenzfunktion für ein Mach-Zehnder-Interferometer beschäftigt, da in dieser Arbeit ein solcher Messaufbau realisiert wurde.

Herleitung der Interferenzfunktion des Mach-Zehnder-Interferometeraufbaus

Nach Delbarre et al. [39] wird die spektrale Interferenz der beiden Strahlen über die Korrelation ihrer korrespondierenden elektrischen Felder $E_1(\lambda, z)$ und $E_2(\lambda, z+\delta)$ entsprechend der Relation (2.25) ausgedrückt. Dabei verwendete Delbarre et al. [39] folgende Notation, welche weiterführend für die Herleitung der Interferenzfunktion für einen Mach-Zehnder-Interferometeraufbau verwendet wird.

$$\langle (E_1 + E_2)(E_1 + E_2)^* \rangle \quad (3.8)$$

Entsprechend der Relation (3.8) nach Delbarre et al. [39] ist abzuleiten, dass die Intensität des resultierenden elektrischen Feldes der interferierenden elektromagnetischen Wellen proportional zu dem Produkt aus der Summe der entsprechenden Wellenfunktionen und der Summe der komplex konjugierten entsprechenden Wellenfunktionen ist.

$$I \propto (E_1 + E_2)(E_1 + E_2)^* \quad (3.9)$$

Unter der Bedingung $\sqrt{I'} \stackrel{!}{=} |E_0|$ mit $E_{01}, E_{02} \stackrel{!}{\in} \mathbb{R}$ wird die Gesamtintensität hinter dem zweiten Strahlteiler des Mach-Zehnder-Interferometers mit

$$I' = I'_{\text{ref}} + I'_{\text{obj}} + 2 \cdot \sqrt{I'_{\text{ref}} \cdot I'_{\text{obj}}} \cdot \cos(k\delta) \quad (3.10)$$

ermittelt, wobei I' die gemessene Intensität des Interferenzmusters ist. Eine genaue Herleitung dieser Interferenzfunktion findet sich im Anhang A.

Herleitung Phasenterm für Messaufbau

Die Information über den Brechungsindex des untersuchten Materials befindet sich im Phasenterm. Es gilt also den Phasenterm der Interferenzfunktion (3.10) für den Messaufbau zu definieren. Entsprechend der Relation (3.11) wird die Phase des Interferenzsignals mit

$$\varphi(\lambda) = \sum_{i=1}^N k_i \delta_i = k_0 \cdot \sum_{i=1}^N n_i(\lambda) \delta_i \quad (3.11)$$

definiert, wobei $k_0 = \frac{2\pi}{\lambda}$ und $k_i = k_0 \cdot n_i(\lambda)$ ist. Für ein Zweistrahlinterferometer mit separaten Objekt- und Referenzarmen, wie beispielweise ein Mach-Zehnder-Interferometer bedeutet das, dass die Wegdifferenz der beiden Arme wie folgt ermittelt werden kann:

$$\delta = z_{\text{ref}} - z_{\text{obj}} \quad (3.12)$$

Für den Fall, dass nur Luft in beiden Armen ist, gilt hierbei mit $n_L(\lambda) = 1$:

$$z_{\text{obj}} = z_{\text{ref}} \rightarrow \delta = 0 \quad (3.13)$$

In diesem Fall sind der geometrische Weg und der optische Weg identisch. Mit Einführung eines dispersiven Elements in den Objektarm wird der geometrische Weg z_{obj} verändert und aus der Summe der Elementdicke und dem in Luft zurückgelegten Weg gebildet. Von höherer Relevanz für den Phasenterm ist jedoch die optische Weglänge, welche definiert wird mit:

$$z = \sum_{i=1}^N n_i(\lambda) z_i \quad (3.14)$$

wobei $n_i(\lambda)$ und z_i jeweils der Brechungsindex und die Dicke der (geo. Weg) des dispersiven Elements darstellen und N die Anzahl aufeinanderfolgender dispersiver Elemente im Interferometerarm ist. Wird von dem Ausgangspunkt von $z_{\text{obj}} = z_{\text{ref}}$ in Luft an der Stelle der Ausgleichswellenlänge ausgegangen, so beträgt die optische Wegdifferenz

$$\delta = z_{\text{DE}}(n_{\text{DE}}(\lambda) - 1) \quad (3.15)$$

Werden weitere dispersive Elemente in den Objektarm eingefügt, addiert sich diese optische Wegdifferenz entsprechend der Relation (3.16) auf.

$$\delta = \sum_{i=1}^N z_i (n_i(\lambda) - 1) \quad (3.16)$$

Der Phasenterm des Interferenzsignals kann somit wie folgt berechnet werden:

$$\varphi(\lambda) = \frac{2\pi}{\lambda} \cdot \sum_{i=1}^N z_i (n_i(\lambda) - 1) \pm \delta_{\text{korrr}} \quad (3.17)$$

Wobei z_i jeweils der Dicke der dispersiven Elemente entspricht. Der Parameter δ_{korrr} ist hierbei ein Korrekturfaktor, welcher gegen Null strebt und auf geringe Abweichungen zwischen den Weglängen der beiden Interferometerarme in der Praxis zurückzuführen ist. Eine ausführliche Herleitung des Phasenterms befindet sich im Anhang B.

In der Praxis muss der Referenzarm entsprechend der Veränderung der optischen Weglänge des Objektarmes angepasst werden, um ein Interferenzbild mit dem abbildenden Spektrometer aufnehmen zu können. Dementsprechend liegt der Parameter δ_{korrr} nicht bei annähernd Null, sondern bei $\delta \pm \delta_{\text{korrr}}$. Da es das Ziel dieser Arbeit ist, den Brechungsindex von verschiedenen Spinellproben zu bestimmen, muss δ_{korrr} eindeutig festgelegt werden. Praktisch erfolgt dies über das Einführen eines zusätzlichen dispersiven Elements mit bekanntem Probenparametern, sodass δ_{korrr} als δ_{DE} durch Approximation der Interferenzfunktion (2.27) an Messdaten, in diesem Fall für N-BK7 Glas, ermittelt werden kann, wie in Kapitel 4.1.2. näher erläutert wird. Weiterführend erhält man die tatsächliche optische Wegdifferenz über die Veränderung des geometrischen Weges z_{ref} in Kombination mit der ermittelten optischen Wegdifferenz für das zusätzliche dispersive Element gemäß folgender Relation:

$$\delta_{\text{PR}} = \frac{\left(\frac{\delta_{\text{DE}}}{2} + z_{\text{ref,DE}}\right) - z_{\text{ref,PR}}}{2} \quad (3.18)$$

Die praktische Ermittlung der optischen Wegdifferenz für die Konfiguration von zwei dispersiven Elementen im Objektarm des Mach-Zehnder-Interferometers wird im folgenden Flussdiagramm (Abb. 3-12) anschaulich dargestellt.

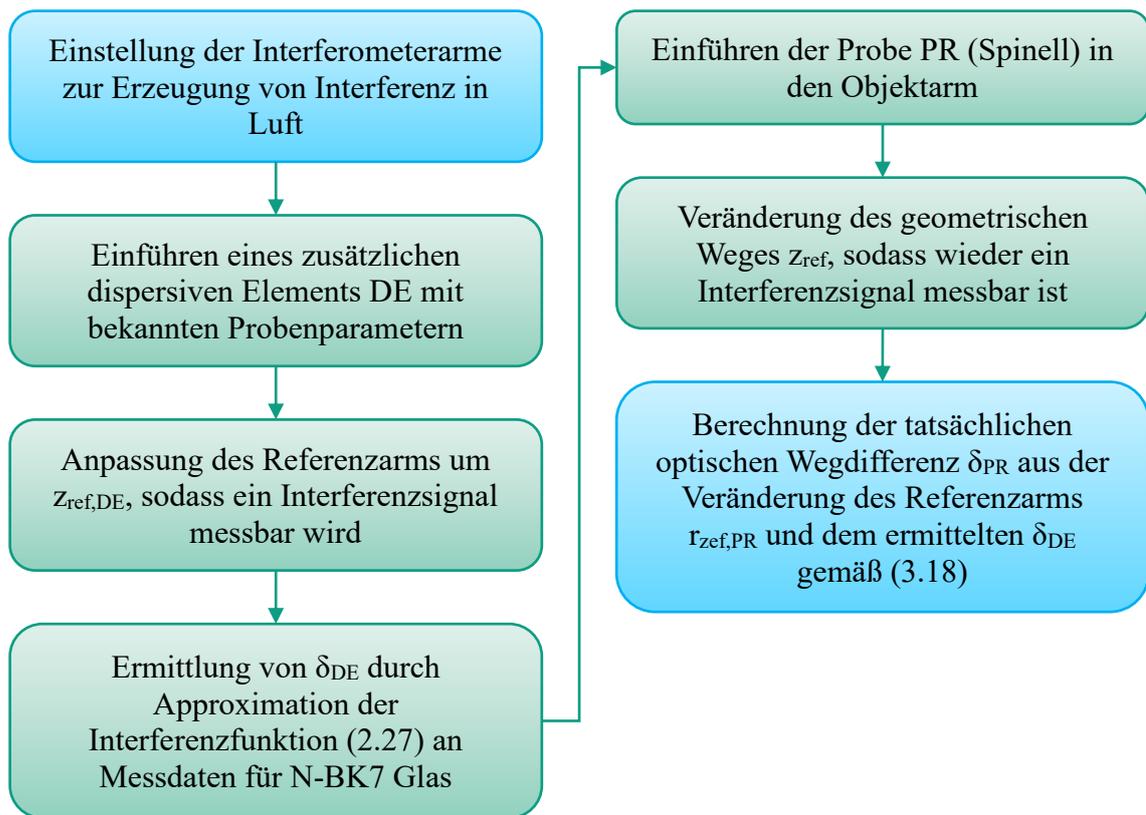


Abb. 3-12: Flussdiagramm zur Veranschaulichung der praktischen Ermittlung von δ_{PR}

3.3. Kalibrierung des Messaufbaus

Um die aus dem Aufbau resultierende sphärische Verkrümmung der Abbildung zu korrigieren ist eine umfangreiche Kalibrierung notwendig. Da die Brechzahlbestimmung durch Interferenz erfolgen soll, wurde zunächst ein Mach-Zehnder-Interferometer aufgebaut und justiert, sodass der Probenstrahl und der Referenzstrahl interferieren. Anschließend wurde der Aufbau in zwei Schritten kalibriert. Zur Korrektur der sphärischen Aberration wurde ein Kalibriergitter aus räumlichen und spektralen Linien erzeugt. Die horizontalen räumlichen Linien entstanden dabei durch die Einführung einer Kalibrierprobe mit einer Skala von 5 mm mit 200 Teilen in den Objektarm des Mach-Zehnder-Interferometers. Die vertikalen Spektrallinien wurden mit Hilfe einer Halogen-Spektrallampe mit einem charakteristischen Spektrum (Abb. D-3 im Anhang D) generiert. Anhand dieses Gitters wurde nach Taudt (Anhang A.1.3. „Calibration methods“ in [4]) eine Korrekturmatrix erzeugt, welche für spätere Nutzung abgespeichert wurde.

Da ein abbildendes Spektrometer verwendet wurde, war es notwendig, eine Zuordnung der Wellenlängen zu den Pixeln der Messaufnahmen durchzuführen. Zu diesem Zweck wurde das Spektrum der Halogen-Spektrallampe zunächst mit einem wellenlängenkalibrierten

Standardspektrometer (Avantes AvaSpec ULS3648-USB2) aufgenommen und eine Wellenlängenbestimmung für zwölf ausgewählte Peaks des Intensitätsspektrums durchgeführt. Durch Vergleich der Positionen der Spektrallinien mit den Intensitäten und Positionen der Peaks wurden die Spektrallinien den entsprechenden Peaks zugeordnet. Zur Korrektur der chromatischen Aberration wurde die Wellenlängen-zu-Pixel-Zuordnung individuell für jede Reihe entlang der y-Achse durchgeführt. Dies ermöglichte die Erzeugung einer Wellenlängenmatrix mit einem RMSE von 0,59 nm. Eine genauere Ausführung dieser Schritte ist in Anhang D zu finden.

4. Ergebnisse und Diskussion

4.1. Allgemeine Vorbetrachtungen

4.1.1. Vorbereitung der aufgenommenen Messdaten für die Auswertung

In Kapitel 3.1. wurden die WPDE-Methode, die in Kapitel 2.3.2. erläutert wurde, und die Sellmeier-Approximation anhand von idealen und mit geringem Rauschen versehenen simulierten Interferenzdaten evaluiert. Hierbei war es möglich sowohl den Gruppenbrechungsindex als auch den Brechungsindex des Testmaterials mit hoher Genauigkeit zu bestimmen. In der Praxis sind Messdaten jedoch mit Unsicherheiten behaftet. So können Messgerätegenauigkeit, Rauschen, Ungenauigkeiten bei der Kalibrierung des Messaufbaus, Umwelteinflüsse, Probenvariationen und menschliche Fehler die Qualität der Messwerte beeinflussen. Um diese potenziellen Messunsicherheiten zu minimieren, wurde Messprozess mit den folgenden fünf Schritten entwickelt

1. Mittelung über zehn Bilder zur Reduktion von Rauschen.
2. Durchführung einer Referenz- und Objektkorrektur nach Relation (3.10) zur Elimination des Einflusses der Referenzarm- und Objektarmsignale auf das gemessene Interferenzsignal, sodass die reine Phaseninformation erhalten bleibt.
3. Korrektur der sphärischen und chromatischen Aberration des gemittelten Interferenzbildes gemäß Anhang D
4. Zuordnung der Pixel des Interferenzbildes zu den korrespondierenden Wellenlängen mit minimalem RMSE gemäß Anhang D
5. Normierung der Messdaten auf $[-1:1]$ arb. Einheiten

Einige dieser Schritte wurden bereits im Kapitel 3 kurz erläutert, wobei nähere Informationen im Anhang D aufgeführt sind. In Abbildung 4-1 ist die Korrektur der Messdaten entsprechend der Punkte 1 bis 3 dargestellt, wobei in Abbildung 4-1 **a**) das über zehn Bilder gemittelte Interferenzbild einer 4,13 mm dicken N-BK7 Glas Probe und in Abbildung 4-1 **b**) der aus der Korrektur nach Relation (3.10) beziehungsweise Relation (4.1) resultierende $\cos(\varphi)$ -Term des Interferenzbildes mit sphärischer und chromatischer Korrektur nach Kapitel 3.3. in Falschfarben abgebildet ist.

$$\cos(\varphi(\lambda)) = \frac{I' - I'_{\text{ref}} - I'_{\text{obj}}}{2 \cdot \sqrt{I'_{\text{ref}} \cdot I'_{\text{obj}}}} \quad (4.1)$$

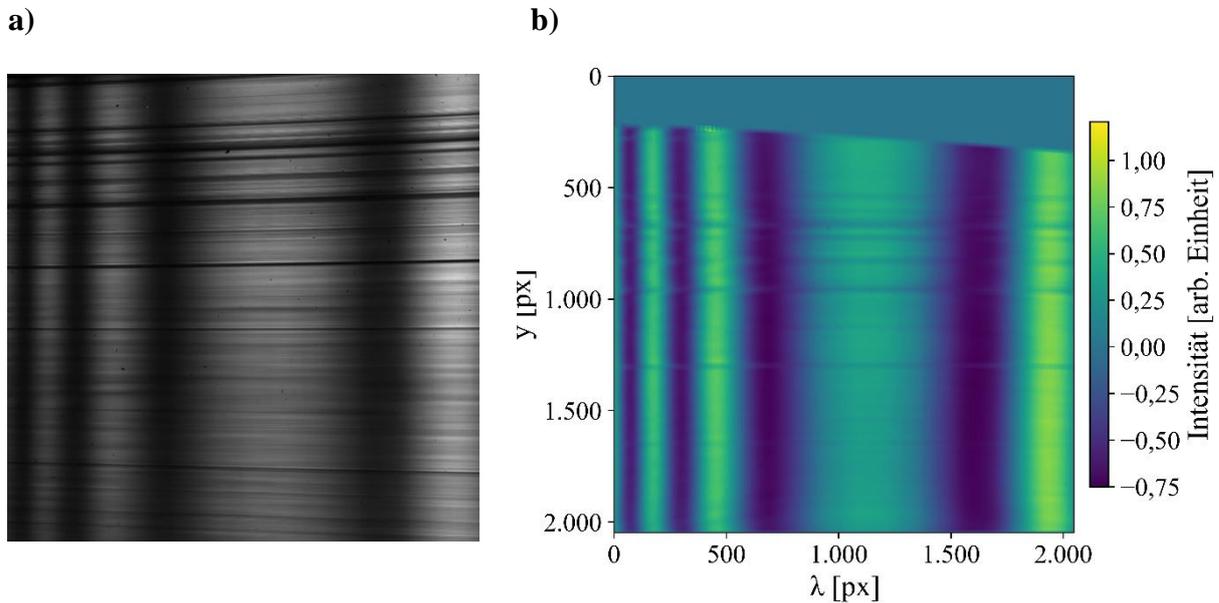


Abb. 4-1: a) gemessenes Interferenzbild für N-BK7 Glas mit $d = 4,13$ mm; b) nach Kapitel 3.3. und Relation (3.10) korrigierter $\cos(\varphi(\lambda))$ des Interferenzbildes in Falschfarben

Weiterführend ist für die Auswertung der Messdaten zu beachten, dass das gemessene Interferenzsignal nicht den amplitudenbezogenen Idealverlauf der simulierten Daten aufweist. Betrachtet man die Spektren des Messbildes zweidimensional (Abb. 4-2 a) und c)), ist zunächst erkennbar, dass der Betrag der maximalen Amplitude nicht bei eins liegt. Für die Ermittlung des Brechungs- und Gruppenbrechungsindex aus der Phase des Interferenzsignals ist es jedoch von großer Bedeutung, dass die Phase in einem Intervall von $[0:\pi]$ schwingt, da es sonst bei der Anwendung des WPDE-Algorithmus zu sehr großen Abweichungen im Verlauf des ermittelten Gruppenbrechungsindex kommt. Dementsprechend ist die Normierung des Interferenzsignals notwendig, da die Phase über den Arkuskosinus des korrigierten Interferenzsignals ermittelt wird. Des Weiteren ist in Abbildung 4-2 c) festzustellen, dass die maximale Auslenkung des Interferenzsignals anders als bei der Simulation nicht immer identisch ist, sondern in Abhängigkeit von der Wellenlänge typischerweise für höhere Wellenlängen zunimmt. Aus diesem Grund wurde für die Normierung eine Skalierungsfunktion (Relation (4.2) auf Basis der Extrema, die den Bereich von Interesse eingrenzen, erzeugt (Abb. 4-2 a) und b)). Das Extremum am Punkt der Abgleichwellenlänge ist immer schwächer ausgeprägt als alle anderen Extremstellen des Signals (Abb. 4-2). Um die Relation der einzelnen Punkte des Interferenzsignals zueinander bei der Normierung zu bewahren, sodass die

Information des Messsignals nicht verändert wird, erfolgte die Normierung mittels einer Skalierungsfunktion (4.2).

$$f(\lambda) = a_1\lambda + a_0 \quad (4.2)$$

Die Funktionsparameter a_1 und a_0 wurden dabei anhand von zwei Punkten $P_1(\lambda_1, I_1)$ und $P_2(\lambda_2, I_2)$ ermittelt, wie in Abbildung 4-2 **a**) erkennbar ist. Da für den WPDE-Algorithmus nur der Bereich um die Abgleichwellenlänge (BVI) interessant ist (Abb. 4-2 **b**)), wurden für die diese Punkte die Extremstellen links und rechts von der Abgleichwellenlänge (Beginn und Ende des BVI) ausgewählt. Die genauen Wellenlängen wurden mittels Peak-Finder ermittelt. Nach der Berechnung der Funktionsparameter a_1 und a_0 , wurde das Interferenzsignal entsprechend der Relation (4.3) normiert. In Abbildung 4-2 **b**) ist diese Normierung für ein stellvertretendes Spektrum und in Abbildung 4-2 **d**) für die gesamte Messung zweidimensional dargestellt und der BVI gekennzeichnet.

$$\cos(\varphi(\lambda))_{\text{korrr}} = \frac{\cos(\varphi(\lambda))}{f(\lambda)} \cdot (\pm 1) \quad (4.3)$$

Der Faktor ± 1 wird bei der Normierung dann negativ, wenn die Punkte $P_1(\lambda_1, I_1)$ und $P_2(\lambda_2, I_2)$ einen negativen I-Wert aufweisen, wie in Abbildung 4-2 **a**) dargestellt ist. Bei der zweidimensionalen Betrachtung der gemessenen Interferenzspektren $I(\lambda, y)$ in Abbildung 4-2 **c**) ist außerdem erkennbar, dass die Intensität der letzten Spektren kontinuierlich abnimmt. Dies ist dem Umstand geschuldet, dass der untere Bereich des Messbildes leicht abgeschattet ist (Abb. 4-1 **a**)). Um diesem Effekt bei der Normierung entgegenzuwirken, wurde für jedes Spektrum eine eigene Skalierungsfunktion erzeugt, sodass die Intensität bei den Extremstellen, die den BVI begrenzen (P_1 und P_2 in Abb. 4-2 **a**)), für alle Spektren $|1|$ beträgt (Abb. 4-1 **d**)) und folglich die Phase an diesen Punkten den Wert π annimmt. Durch die auf den BVI bezogene Normierung und weil die maximale Amplitude für jede Periode unterschiedlich ausfällt, kommt es dazu, dass die Intensität mancher Extremstellen nach der Normierung den Wertebereich von $[-1:1]$ arb. Einheiten überschreitet. Da der Kosinus jedoch auf einen Wertebereich von -1 bis 1 definiert ist, kann bei der Bildung des Arkuskosinus bei diesen Werten algebraisch keine reelle Lösung ermittelt werden. Um Unsicherheiten bei der Ermittlung der Phase aufgrund von nichtdefinierten Werten zu vermeiden, ist es somit notwendig diese Werte auf -1 und 1 umzudefinieren. Da für den WPDE-Algorithmus nur der BVI genutzt wird stellt diese arbiträre

Änderung dieser Werte kein Problem dar. Dies ist in Abbildungen 4-2 **b)** und **d)** verdeutlicht, indem die für die Auswertung irrelevanten Bereiche rot markiert wurden. Zusammenfassend ist der Ablauf der Normierung in dem Flussdiagramm in Abbildung 4-3 dargestellt.

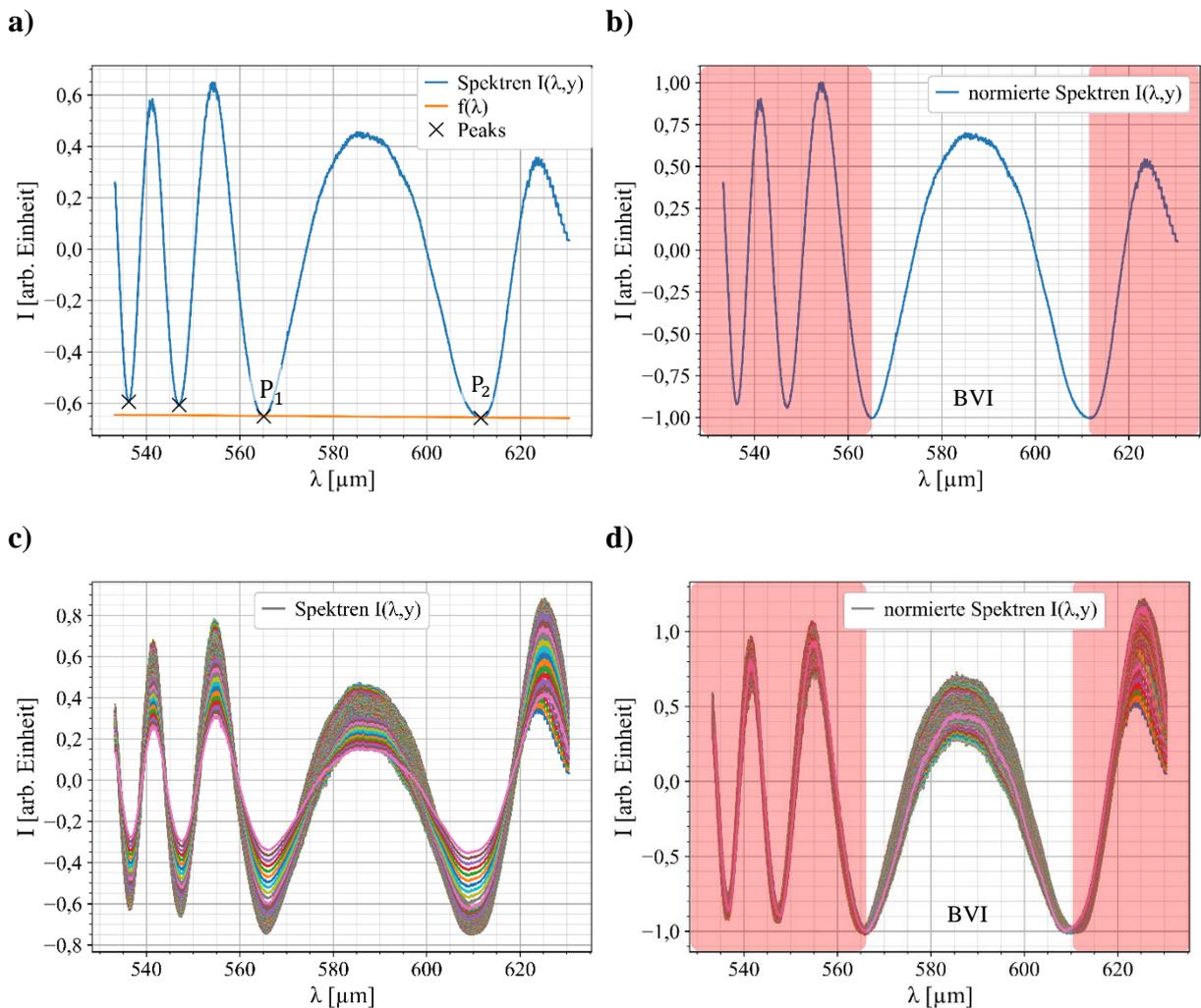


Abb. 4-2: **a)** Ein stellvertretendes Interferenzspektrum $I(\lambda, y)$ aus dem nach 3.3. korrigierten Interferenzmessbild für N-BK7 Glas mit $d = 4,13$ mm; **b)** nach (4.1) auf [-1:1] normierte Interferenzspektren in Bezug auf den BVI, Bereiche außerhalb des BVI (rot markiert) wurden dabei nicht beachtet; **c)** zweidimensionale Darstellung aller Interferenzspektren $I(\lambda, y)$ aus dem Interferenzmessbild für N-BK7 Glas mit $d = 4,13$ mm ohne Normierung; **d)** zweidimensionale Darstellung aller Interferenzspektren $I(\lambda, y)$ aus dem Interferenzmessbild für N-BK7 Glas mit $d = 4,13$ mm nach der Normierung.

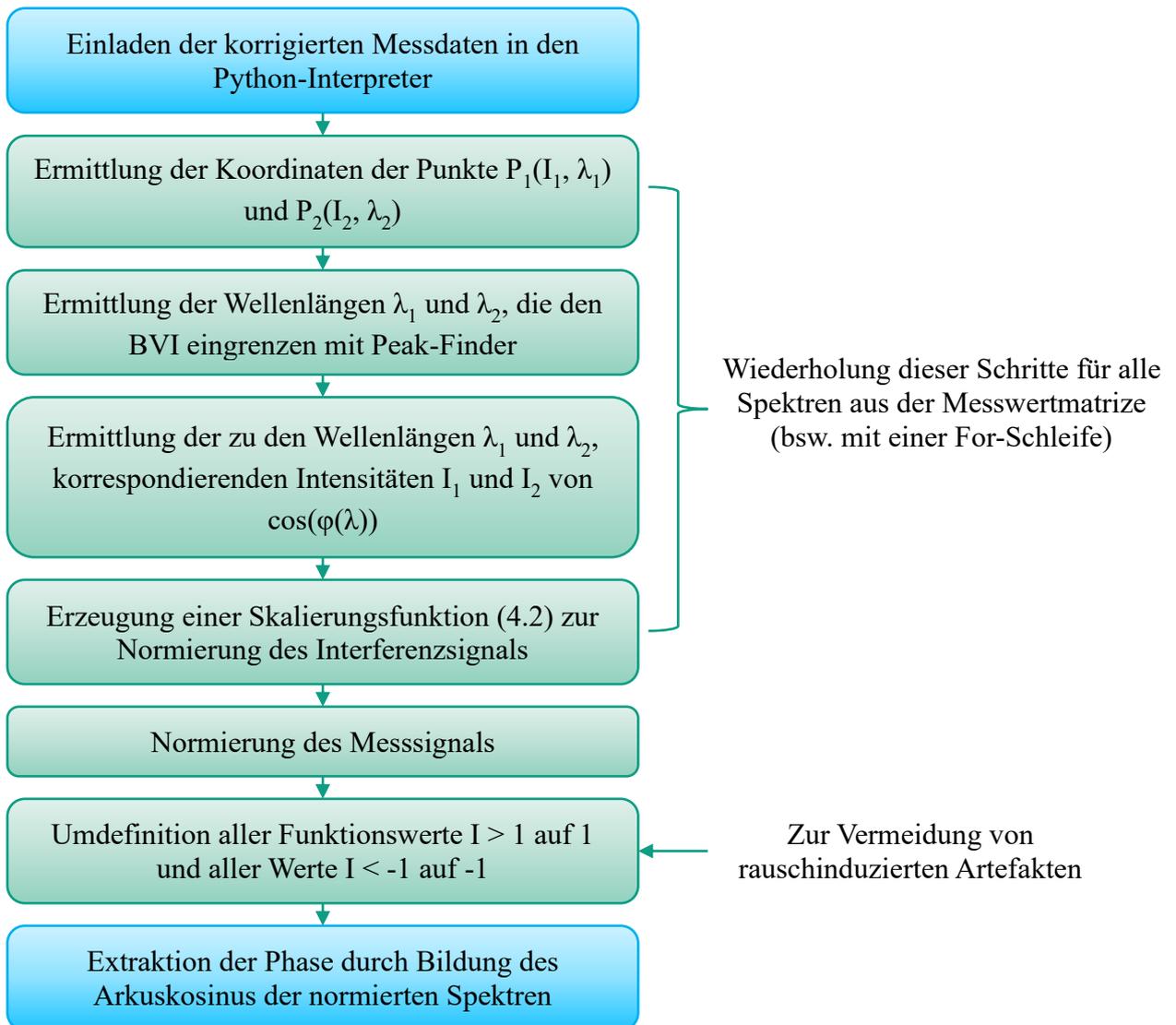


Abb. 4-3: Flussdiagramm zum Ablauf der Normierung der Messdaten

4.1.2. Bestimmung der tatsächlichen optischen Wegdifferenz

Bei Betrachtung der Relation (2.29) wird erkennbar, dass die Phase des Interferenzsignals im Wesentlichen von drei Faktoren, der Probendicke d , dem Brechungsindex des Probenmaterials $n(\lambda)$ und der optischen Wegdifferenz δ abhängig ist. Diese drei Faktoren befinden sich im Phasenterm der Interferenzfunktion (3.10). Weiterführend ist aus Relation (3.16) zu entnehmen, dass die optische Wegdifferenz aus der Dicke (in (3.16) mit z denotiert) und dem Brechungsindex der Probe berechnet werden kann. Aufgrund von geringen Abweichungen zwischen den Weglängen der beiden Interferometerarme, die in der Praxis auftreten können, muss allerdings auch ein gegen Null strebender Korrekturfaktor δ_{korrr} gemäß Relation (3.17) berücksichtigt werden. Das ist besonders wichtig, weil das Interferenzsignal sehr empfindlich auf Änderungen der optischen Wegdifferenz reagiert. Um demnach die tatsächliche optische Wegdifferenz $\delta \pm \delta_{\text{korrr}}$ zu ermitteln, wurde zunächst mit dem Aufbau aus Abbildung 3-11 und einem wellenlängenkalibrierten Standardspektrometer (Avantes AvaSpec ULS3648-USB2) ein Interferenzspektrum einer N-BK7-Probe mit bekannter Dicke aufgenommen. Des Weiteren wurde nach Relation (2.27) ein Interferenzsignal für N-BK7 Glas simuliert, wobei der Brechungsindex durch Literaturwerte angegeben wurde und für d die Dicke der vermessenen N-BK7-Probe verwendet wurde. Anschließend wurde das simulierte Interferenzsignal mittels der Brute-Force-Methode über den Parameter δ an das gemessene Interferenzsignal angepasst. Hierbei ist jedoch zu beachten, dass das simulierte Interferenzsignal ideal ist und seine Amplitude für alle Perioden identisch ist. Bei dem realen Interferenzsignal ist dies allerdings nicht der Fall. So fluktuiert die Amplitude des Messsignals aufgrund von Rauschen. Des Weiteren nimmt sie im Verhältnis zur Wellenlänge bei höheren Wellenlängen zu. Dies hat zur Folge, dass die Extrema selbst nach Normierung des Messsignals auf einem Intervall von [0:1] arb. Einheit nicht einheitlich die Idealwerte 0 und 1 arb Einheiten erreichen, wie in Abbildung 4-4 a) dargestellt ist. Um die bestmögliche Approximation des Messsignals zu gewährleisten, ist es demnach notwendig, zunächst die Amplitude des simulierten Interferenzsignals an das Messsignal anzupassen, da die Maximalamplitude der Messdaten nie den Idealwert erreicht. Weiterführend verursacht diese Unregelmäßigkeit des Messsignals in Kombination mit Rauschen, dass der, über die Brute-Force-Methode, ermittelte Parameter für die tatsächliche optische Weglänge mit einer niedrigen Wahrscheinlichkeit der optimale Parameter für die Angleichung des simulierten Interferenzsignals an das gemessene Interferenzsignal ist. Aus diesem Grund wird die Bestimmung der optischen Wegdifferenz teilweise manuell

durchgeführt, indem manuell überprüft wird, ob die Abweichung des simulierten Signals von dem Messsignal für die mit BFM ermittelte optische Wegdifferenz geringer ist als die Abweichung des mit dem Startwert simulierten Signals. Der Fit wurde dementsprechend mit iterativen Parameterverfeinerungen umgesetzt, bis eine optimale Anpassung erreicht wurde. Im nächsten Schritt der δ -Bestimmung wurde die BFM für einen auf den BVI eingeschränkt Wellenlängenbereich (Abb. 4-4 **b**)) angewendet, um die durch die Amplitudenschwankung verursachten Unsicherheiten bei der Parameterbestimmung zu eliminieren. Weiterführend wird die Probendicke als zweiten Approximationsparameter freigegeben, weil die Probe gegebenenfalls leicht gekippt in der Probenhalterung liegen kann und sich somit die tatsächliche Dicke der Probe im Objektarm von der vorab gemessenen Dicke der Probe geringfügig unterscheiden kann. Die oben erläuterten Schritte wurden anschließend wiederholt, bis die Übereinstimmung des simulierten Interferenzsignal mit dem gemessenen Interferenzsignal nicht mehr verbessert werden kann. Der Ablauf dieses Verfahrens ist in dem Flussdiagramm 4-5 dargestellt.

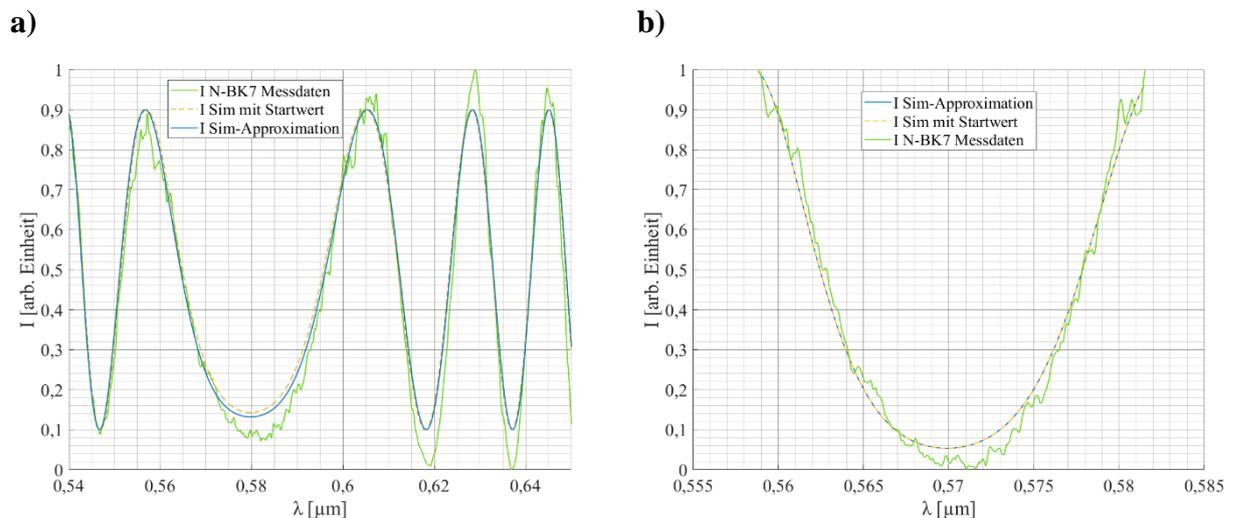


Abb. 4-4: gemessenes Interferenzspektrum von N-BK7 Glas mit $d = 4,13 \text{ mm}$ und simuliertes Interferenzsignal für N-BK7 Glas mit angepassten Parametern für Dicke d und optische Wegdifferenz δ mit festem Startwert (orange) und über BFM ermittelt (blau) für **a)** einen Wellenlängenbereich von $[540:650] \text{ nm}$; **b)** einen Wellenlängenbereich von $[555:585] \text{ nm}$

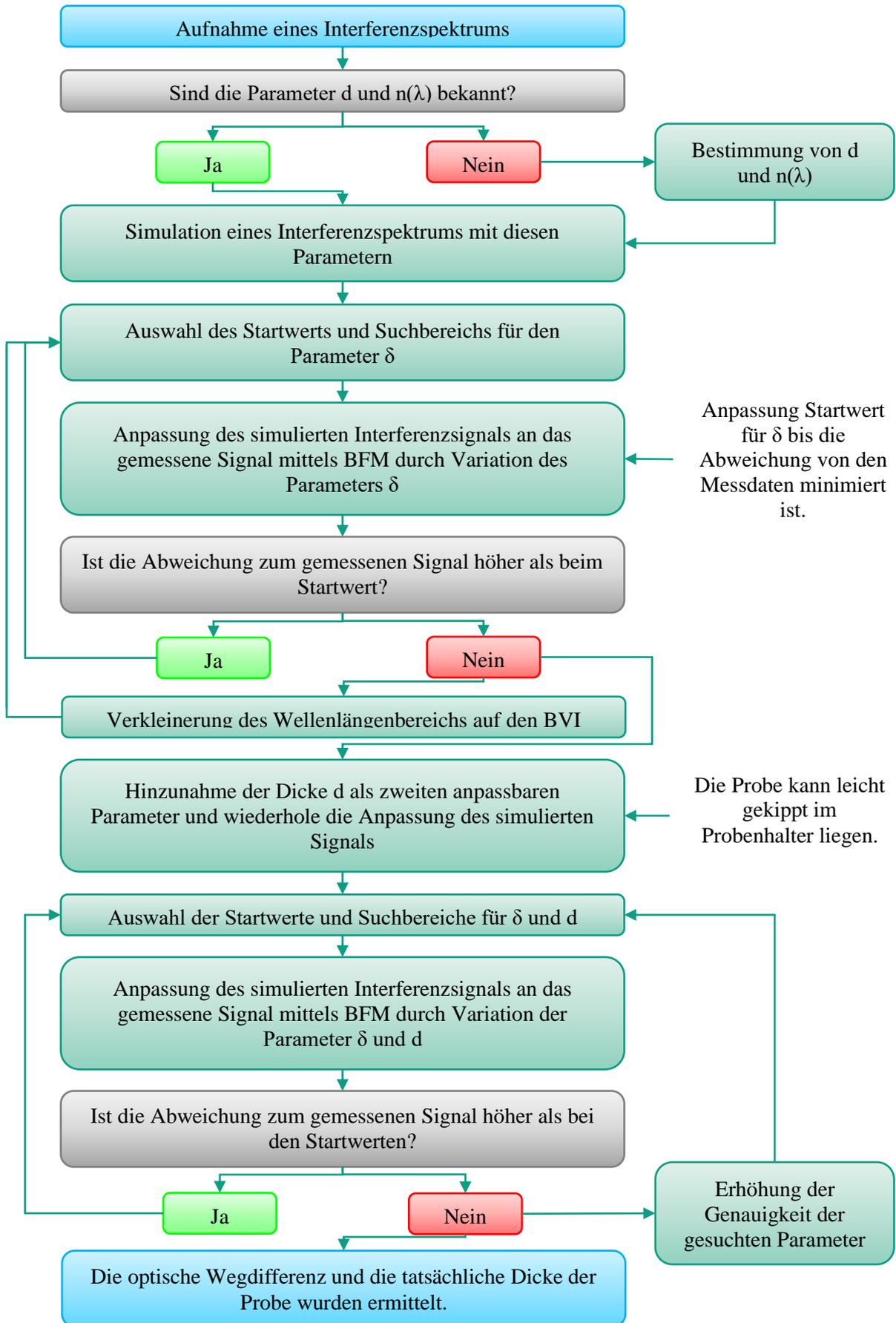


Abb. 4-5: Flussdiagramm zur Beschreibung der Bestimmung der optischen Wegdifferenz

Die aus dem Verfahren resultierenden Ergebnisse sind in Tabelle 4-1 aufgeführt. Die tatsächliche optische Wegdifferenz wurde dabei bis auf die dritte Kommastelle und die tatsächliche Dicke bis auf die zweite Kommastelle genau bestimmt.

Tabelle 4-1: Mit Brute-Force-Methode ermittelte Parameter für die tatsächliche optische Wegdifferenz und tatsächliche Dicke im Objektarm der N-BK7 Probe im Vergleich mit den messtechnisch ermittelten Ausgangswerten

Messtechnisch ermittelt			Über Brute-Force-Methode bestimmt	
Parameter	Dicke d [μm]	δ [μm]	Dicke d [μm]	δ [μm]
N-BK7	4137,36	2264,06	4137,36	2243,601

4.2. Bestimmung von $n_g(\lambda, y)$ und $\bar{n}(\lambda)$ für N-BK7 Glas

In diesem Kapitel wurde mit Hilfe des WPDE-Algorithmus der orts aufgelöste, wellenlängenabhängige Gruppenbrechungsindex der N-BK7-Probe ermittelt. Hierbei wurde das extrahierte Phasensignal zunächst mit einem Savitzky-Golay-Filter geglättet und anschließend der Gruppenbrechungsindex gemäß Relation (2.35) in Kombination mit Relation (2.36) für jede Position y auf der Probe kalkuliert. Für die Parameter d und δ wurden dabei die mit der BFM ermittelten Werte entsprechend Tabelle 4-1 eingesetzt. Anhand der Anzahl an räumlichen Linien in Abbildung D-1 a) lässt sich aus der Kalibrierung ableiten, dass ein Probenbereich y von $275 \mu\text{m}$ betrachtet wird. Mit einer korrigierten Messdatenmatrix von $[1717:2040]$ px ergibt sich, dass der Gruppenbrechungsindex der Probe für 1717 äquidistante Punkte in einem, entlang der y -Achse (Abb. 3-11) ausgedehnten, Probenbereich von $275 \mu\text{m}$ kalkuliert wurde. Werden die in Abbildung 4-6 dargestellten Gruppenbrechungsindexe unter diesem Aspekt betrachtet, so ist eine gute Übereinstimmung der dieser zu erkennen, was als ein Indikator für eine hohe optische Homogenität der Probe auf einer mikroskopischen Ebene ist. Hierbei ist jedoch zu beachten, dass Schwankungen des Gruppenbrechungsindex über einen Probenbereich auch andere Ursachen als optische Inhomogenitäten, wie Temperaturschwankungen, Spannungen im Material oder magnetische Felder haben können und der Gruppenbrechungsindex somit nicht für die Berechnung der genauen optischen Homogenität ausreichend ist. Werden die $n_g(\lambda, y)$ -Ergebnisse im Vergleich zu Literaturwerten in Abbildung 4-6 betrachtet, so ist festzustellen, dass die $n_g(\lambda, y)$ alle mit einem Offset von $8 \cdot 10^{-4}$ arb. Einheit von der Literatur abweichen. Dieser Offset kann durch Ungenauigkeiten bei der Bestimmung der tatsächlichen optischen Wegdifferenz, Umwelteinflüsse oder Eigenschaften der Probe verursacht werden. Die genaue Ursache konnte im Rahmen dieser Arbeit nicht bestimmt werden. Des Weiteren sind in Abbildung 4-6 bei 577 nm und 579 nm

zwei starke Ausschläge in den Messkurven wahrzunehmen. Diese Ausschläge sind bei diesen Wellenlängen bei allen Messungen aufgetreten. Es handelt sich somit um Ausreißer, die durch Kratzer an Linsen oder Spiegeln, Beschädigungen am Spalt oder Fremdkörper im Messaufbau verursacht werden.

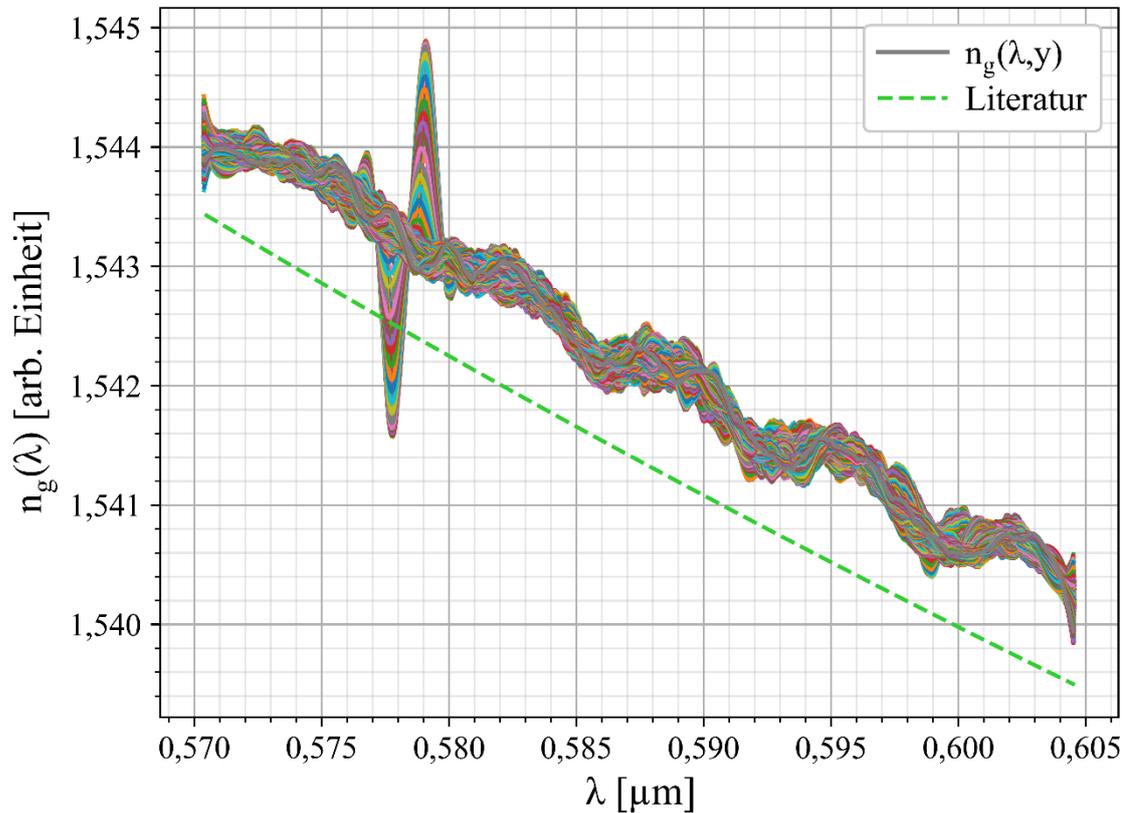


Abb. 4-6: Mit WPDE-Algorithmus ermittelter orts- und wellenlängenabhängiger Gruppenbrechungsindex einer N-BK7-Probe mit $d = 4,13$ mm im Vergleich mit $n_g(\lambda)$ aus der Literatur

Weiterführend wurden durch die Sellmeier-Approximation des Gruppenbrechungsindex nach Relation (3.5) die Sellmeierkoeffizienten für jedes Spektrum $n_g(\lambda, y)$ ermittelt. Diese Sellmeierkoeffizienten wurden anschließend in die Sellmeierrelation (3.4) für N-BK7 Glas eingesetzt und der Brechungsindex in einen Wellenlängenbereich von 400 nm bis 800 nm für die 1717 y-Positionen ermittelt (Abb. 4-7 „blau“). Betrachtet man diese Brechungsindexe im Vergleich zur Literatur ist erkennbar, dass annähernd alle Sellmeierkurven von der Literatur abweichen, wobei es sich bei dieser Abweichung nicht um einen Offset handelt, da die Abweichung bei höheren Wellenlängen größer ausfällt als bei kleineren Wellenlängen. Die Ursache für diese Streuung liegt dabei in der Methodik, wie in Kapitel 3.1.3. bereits für simulierte Daten mit geringem Rauschen festgestellt wurde. In Kapitel 3.1.3. wurde weiterführend jedoch auch festgestellt, dass der Brechungsindex dennoch nach dem Gesetz der

großen Zahlen bei einer ausreichend großen Anzahl an Messwerten pro Wellenlänge mit einer hohen Genauigkeit ermittelt werden kann. Für die Untersuchung der N-BK7-Probe mit einem abbildenden Spektrometer bedeutet dies, dass wenn die Probe optisch homogen ist, die ermittelten Brechungsindexe $n(\lambda, y)$ über den Ort gemittelt werden können, sodass der mittlere Brechungsindex $\bar{n}(\lambda)$ der Probe bestimmt werden kann (Abb. 4-7), wobei die Information über die Ortsauflösung des Brechungsindexes verloren geht und somit die mikroskopische optische Homogenität der Probe nicht mehr ermittelt werden kann. Ob die untersuchte Probe an sich die nötige optischen Homogenität aufweist, ist dabei aus dem mit dem WPDE-Algorithmus ermittelten Gruppenbrechungsindex abzulesen. Da dies für die untersuchte Probe der Fall ist, konnte durch Mittelung von $n(\lambda, y)$ der mittlere Brechungsindex $\bar{n}(\lambda)$ mit einem RMSE von der Literatur von $4,9 \cdot 10^{-4}$ arb. Einheit ermittelt werden.

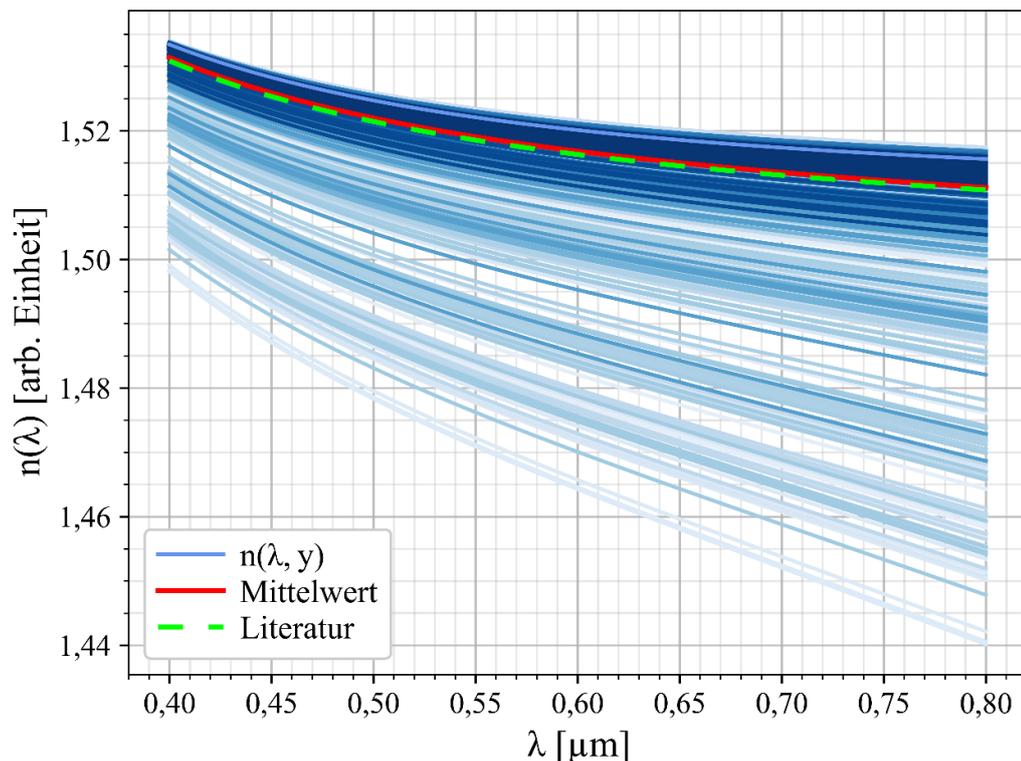


Abb. 4-7: aus Sellmeier-Approximation ermittelter Brechungsindex $n(\lambda, y)$ für 1717 verschiedene y (blau), mittlerer Brechungsindex $\bar{n}(\lambda)$ (rot) im Vergleich mit der Literatur (grün)

Die Tatsache, dass die Kalkulation des Brechungsindexes auf diese Weise überhaupt möglich ist, weist darauf hin, dass die mit der Sellmeierapproximation ermittelten $n(\lambda, y)$ eine bestimmte Verteilung aufweisen, wobei der Mittelwert dem Literaturwert entspricht. Aus Abbildung 4-8 ist zu entnehmen, dass es sich um eine linksgeneigte Verteilung handelt, wobei der über den Ort gemittelte $\bar{n}(\lambda)$ annähernd mit den Literaturwerten übereinstimmt. Dass es sich bei dieser

Verteilung nicht um eine Normalverteilung handelt, wird dadurch unterstützt, dass der Mittelwert verhältnismäßig weit von der Klasse mit der höchsten relativen Häufigkeit entfernt liegt, wie in Abbildung 4-8 ersichtlich ist. Die Mittelwerte und Literaturwerte wurden dabei losgelöst von der y-Achse in das Diagramm eingetragen und beziehen sich nur auf die x-Achse.

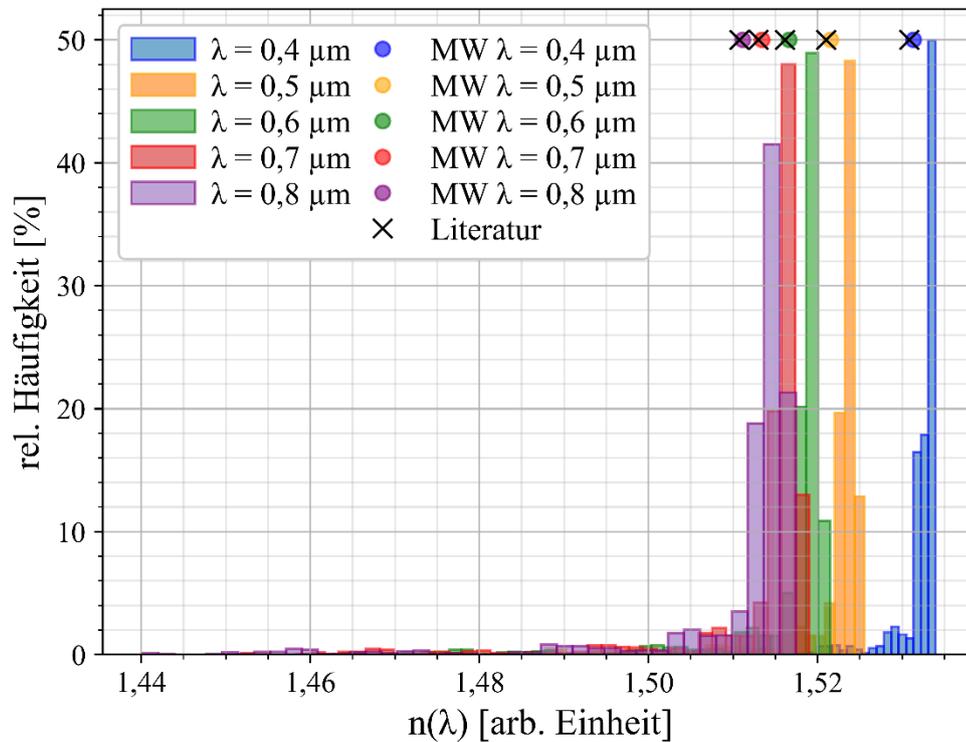


Abb. 4-8: Häufigkeitsverteilung der ortsaufgelösten Brechungsindexe aus der Sellmeier-Approximation in 41 Klassen mit Mittelwert (Punkt) und korrespondierenden Literaturwerten (Kreuz). Die Mittelwerte und Literaturwerte haben keinen Bezug auf die y-Achse des Diagramms.

Vergleicht man außerdem die ermittelten Sellmeierkoeffizienten mit den Literaturwerten (Tabelle 4-3) so ist festzustellen, dass diese sehr gut mit den Literaturwerten übereinstimmen und nur der Parameter B_3 eine signifikante Abweichung von der Literatur aufweist.

Tabelle 4-2: Ermittelte Sellmeierkoeffizienten für $\bar{n}(\lambda)$ von N-BK7 Glas im Vergleich mit den Sellmeierkoeffizienten für N-BK7 Glas aus der Literatur

Sellmeierkoeffizienten	N-BK7 WPDE-Methode	N-BK7 (Schott)	Ref.
A_1	1,0644	1,0396	
A_2	0,2088	0,2318	
A_3	0,9996	1,0105	[47],
B_1	0,0068	0,0060	[48]
B_2	0,0179	0,0200	
B_3	91,609	103,56	

4.3. Untersuchungen an Spinell

Wie in Kapitel 2.1.2. erläutert wurde, kann der Brechungsindex von Spinell durch verschiedene Faktoren beeinflusst werden. Dabei stellen die Stöchiometrie der MgO-Al₂O₃-Verbindung und die Sintertemperatur, welche die Stöchiometrie des Spinells beeinflussen kann, wichtige Faktoren dar. Um den Einfluss dieser Faktoren zu ermitteln, wurden in diesem Kapitel 24 Proben des Fraunhofer IKTS untersucht. Diese Proben umfassen undotierte und SrO-dotierte Spinellproben aus vier verschiedenen Spinellpulvern mit unterschiedlichen Dicken. Die Proben wurden bei verschiedenen Temperaturen gesintert und anschließend für verschiedene Zeiten durch Heiß-Isostatisches-Pressen (HIP) bei verschiedenen Temperaturen nachverdichtet. Eine Auflistung der Proben befindet sich im Anhang E. Für die Untersuchung wurden auf den Proben fünf Messpunkte festgelegt. Die Verteilung dieser Messpunkte wurde für die zwei verschiedenen Probengeometrien in Abbildung 4-9 dargestellt.

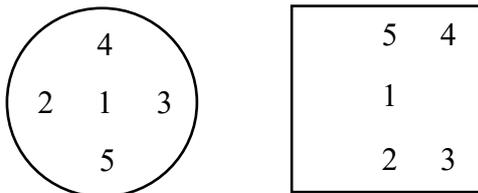


Abb. 4-9: Schematische Darstellung der Anordnung der Messpunkte auf den zwei verschiedenen Probengeometrien der Spinellproben

In dieser Arbeit wurde ein interferometrischer Messaufbau für transmittive Messungen realisiert. Dementsprechend werden einige Bedingungen an die Proben gestellt, um Ergebnisse zu erzielen. Zu diesem Zweck wurde zunächst visuell die Defektverteilung unter den Kategorien von makroskopischen Defekten, wie Fremdphaseneinschlüsse in den Proben, überprüft. Diese Bewertung erfolgte in den Kategorien Defektmenge und Defektgröße mit jeweils drei Stufen. Hierbei wurde das Vorkommen von einzelnen Defekten als „wenig“ und das Vorkommen von so vielen Defekten, dass die Gesamttransmittivität der Probe beeinträchtigt wird, als „viel“ eingestuft. Bei der Defektgröße wurden Defekte mit einem Durchmesser von ca. 1 mm als „groß“ bewertet. Hierbei ist zu beachten, dass auch Defekte die hier als „klein“ eingestuft wurden, im makroskopischen Bereich mit bloßem Auge leicht erkennbar sind. Die Resultate dieser Abschätzung sind in Tabelle E-1 im Anhang E aufgeführt. Weiterführend wurde geprüft, ob die Defekte einen signifikanten Einfluss auf die Interferenzmessung haben. Traten in dem gemessenen Interferenzbild deutlich erkennbare Verzerrungen des Interferenzbildes auf, so wurde die entsprechende Probe für die weitere

Auswertung disqualifiziert. Ein Beispiel für eine derartige Verzerrung ist in Abbildung 4-10 in dem Interferenzbild der Probe 6 erkennbar. Eine weitere Bedingung für die Anwendung des WPDE-Algorithmus ist, dass der BVI nicht zu schmal ($< \text{ca. } 20 \text{ nm}$) sein darf, da die daraus extrahierten Informationen sonst nicht für die Bestimmung des Gruppenbrechungsindex ausreichen. Da die Frequenz, mit der das Interferenzsignal oszilliert, von der Probendicke abhängig ist, wurden Proben einer zu hohen Dicke für die weitere Auswertung disqualifiziert, da der BVI bei diesen Proben zu klein ist. Ein Beispiel hierfür ist das Interferenzbild der Probe 24 welches in Abbildung 4-10 dargestellt wurde. Damit ist die Vorauswahl der Proben abgeschlossen. Wie in Kapitel 4.1.1. erläutert wurde, ist eine Normierung der Messdaten notwendig. Um diese Normierung durchführen zu können, müssen die gemessenen Interferenzbilder bestimmte Anforderungen erfüllen. Im nächsten Schritt der Probenauswahl, wurden die Messdaten darauf geprüft, ob sie diese Anforderungen erfüllen. Dies erfolgte für jeden Messpunkt auf jeder Probe individuell. Der gesamte Ablauf dieses Auswahlverfahrens ist in dem Flussdiagramm in Abbildung 4-10 dargestellt.

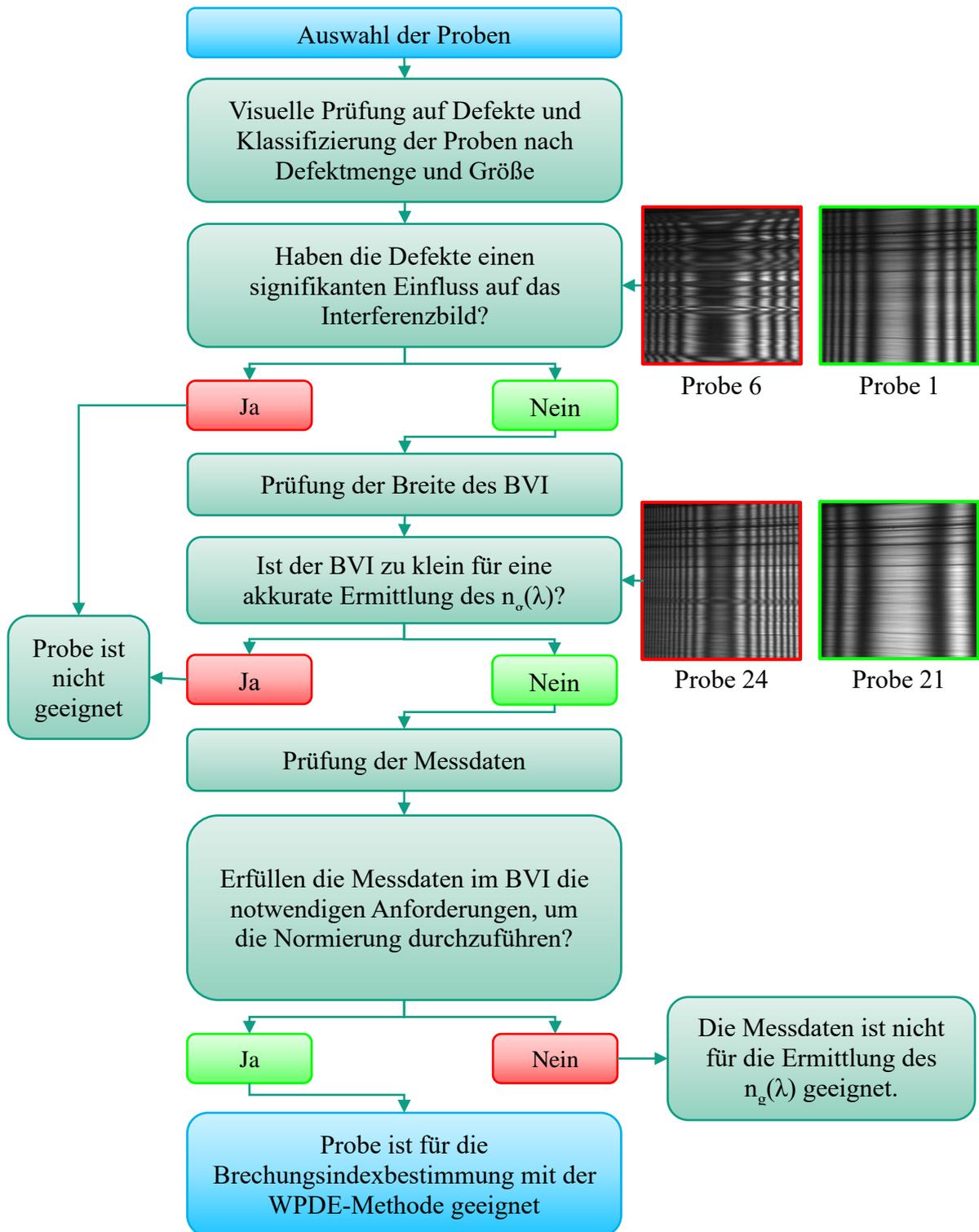


Abb. 4-10: Flussdiagramm zur Auswahl der Proben für die Brechungsindexbestimmung mit Beispielen für die Interferenzmuster qualifizierter und disqualifizierter Proben

4.3.1. Undotierter Spinell

Es wurden fünf Proben aus drei verschiedenen Spinellpulvern untersucht. Hierbei ist zu bemerken, dass die Pulver unterschiedliche stöchiometrische Zusammensetzungen aufweisen, was ihre Sinteraktivität beeinflusst. Die Proben und für die Auswertung relevante Parameter wurden in Tabelle 4-3 aufgeführt. Die Pulverbezeichnungen stammen vom Fraunhofer IKTS.

Tabelle 4-3: Ausgewählte undotierte Spinellproben

Nr.	Pulver	Verhältnis $\text{MgO} \cdot x\text{Al}_2\text{O}_3$	Dicke [mm]	z ref corr [μm]	T_{sinter} [$^{\circ}\text{C}$]	HIP T [$^{\circ}\text{C}$] / t [h]
4	AHPA-AF	0,94	3,860	6210,1	1550	1550 / 15
10	TSP-20	1	3,820	6215,1	1520	1750 / 15
12	S30CR	-	5,895	5429,4	1510	1650 / 15
20	TSP-20	0,93	0,947	7338,2	1620	1750 / 8
21	TSP-20	0,93	0,380	7559,8	1620	1620 / 15

Betrachtet man die mittleren Gruppenbrechungsindexe für die verschiedenen Proben (Abbildung 4-11), ist zunächst festzustellen, dass sich diese im Bereich der zweiten Kommastelle für die verschiedenen Proben stark unterscheiden und alle von der Literatur abweichen. Dieser Unterschied ist dabei zunächst nicht ungewöhnlich, da, wie in Kapitel 2.2.1. erläutert wurde, es sich bei Spinell um ein Stoffgemisch handelt, dessen Brechungsindex von der Stöchiometrie und der Verarbeitung des Materials abhängig ist. Betrachtet man die Ergebnisse für die Proben 20 und 21 ist ein deutlicher Unterschied erkennbar, wobei sich diese Proben hauptsächlich in der Temperatur und Dauer der HIP und geringfügig in ihren Dicken unterscheiden (Tabelle 4-3). Dies kann darauf zurückgeführt werden, dass eine höhere HIP Temperatur zu einem gröberen Gefüge führt und die Gefügekorngröße Einfluss auf die Transmittivität der Probe hat. Da in dieser Arbeit die Proben transmissiv untersucht wurden, ist somit der Einfluss der Gefügekorngröße auf den Brechungsindex nicht von der Hand zu weisen. Weiterführend ist erkennbar, dass die ermittelten Gruppenbrechungsindexe für die verschiedenen Messpunkte bei den Proben 12 und 21 annähernd bei denselben Werten liegen, sich jedoch bei der Probe 20 stark unterscheiden. Es ist demnach annehmbar, dass der ermittelte Gruppenbrechungsindex bei einer der zwei betrachteten Messpunkte auf Probe 20 durch einen Störfaktor, wie beispielsweise einem Fremdphaseneinschluss (Abbildung 2-1) beeinflusst wurde, wobei die Ursache nicht im Interferenzbild ersichtlich war. Es kann nicht klar beurteilt werden, welcher Gruppenbrechungsindex für die Messpunkte 3 und 5 bei Probe 20 den Gruppenbrechungsindex des Spinells und nicht den einer Fremdphase darstellt.

Dementsprechend ist eine genaue Einschätzung, inwiefern die HIP-Temperatur den Gruppenbrechungsindex beeinflusst, mit diesen Daten nicht möglich. Des Weiteren ist in Abbildung 4-11 erkennbar, dass der ermittelte Gruppenbrechungsindex für Probe 12 bei dem Messpunkt 2 leicht von dem Gruppenbrechungsindex, der für die Messpunkte 4 und 5 ermittelt wurde, abweicht. Dies kann ebenfalls an geringfügigen Unterschieden im polykristallinen Gefüge der Probe am Messpunkt 2 liegen, wobei die Verschiebung des Brechungsindexes hier wesentlich geringer ausfällt als bei Probe 20.

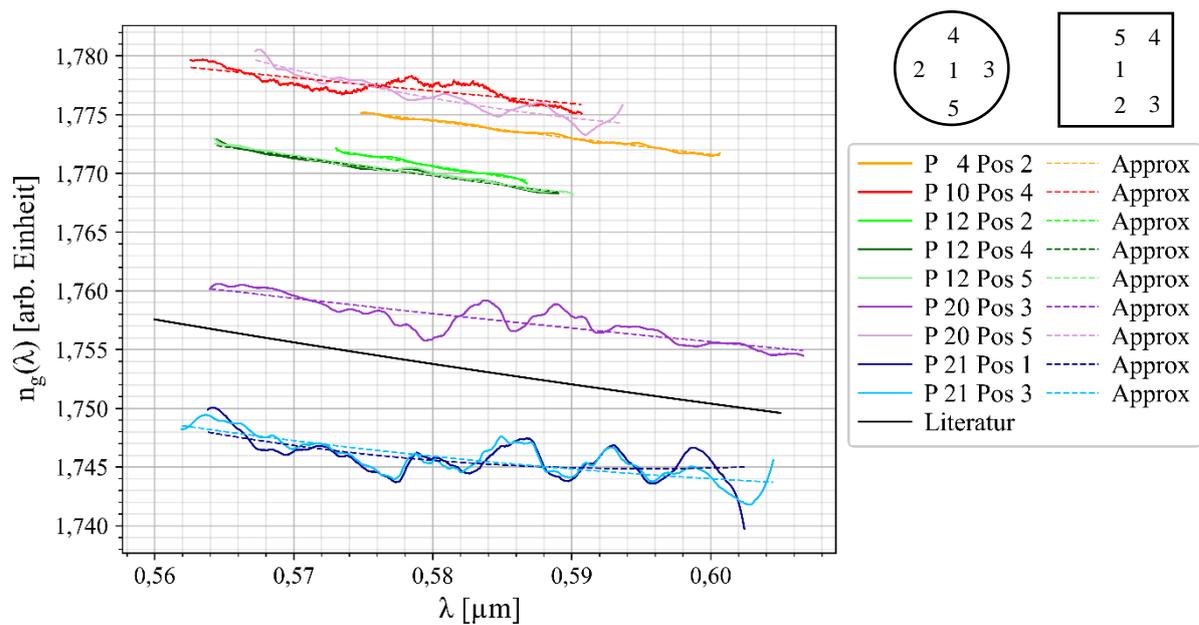
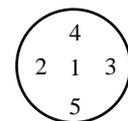


Abb. 4-11: Übersicht über die mit dem WPDE-Algorithmus ermittelten Gruppenbrechungsindex der ausgewählten undotierten Spinellproben für verschiedene Positionen auf der Probe gemäß Abbildung 4-9 mit Sellmeierapproximationskurve als gestrichelte Linie

Tabelle 4-4: Steigung des annähernd linear verlaufenden Gruppenbrechungsindex im BVI für die undotierten Spinellproben im Vergleich mit der Literatur

Probe	Position	Abweichung von Literatur			R ² [arb. Einheit]
		Anstieg [arb. Einheit]	Absolut [arb. Einheit]	[%]	
Literatur	-	-1,89	0	0	1
4	2	-2,00	0,11	5,69	0,99
10	4	-2,05	0,15	8,15	0,71
12	2	-1,96	0,06	3,25	0,98
12	4	-1,98	0,08	4,40	0,98
12	5	-1,95	0,05	2,82	0,99
20	3	-1,97	0,07	3,84	0,77
20	5	-1,03	0,86	45,58	0,91
21	1	-1,02	0,87	46,13	0,37
21	3	-1,51	0,38	20,12	0,65

Weiterführend wurde mit Hilfe der Sellmeier-Approximation, die in Kapitel 3.1. vorgestellt wurde, die Brechungsindexe $n(\lambda, y)$ aus den Gruppenbrechungsindexen $n_g(\lambda, y)$ ermittelt. Anschließend erfolgte die Bildung des mittleren Brechungsindex $\bar{n}(\lambda)$ gemäß Kapitel 4.2. Die Resultate wurden in Abbildung 4-12 dargestellt, wobei dieselbe Farbe für die Ergebnisse von derselben Probe und dieselben Marker für jeweils dieselben Messpunkte verwendet wurde. Hierbei ist festzustellen, dass die ermittelten $\bar{n}(\lambda)$ teilweise in ihrem Verlauf stark von der Literatur abweichen. In Tabelle 4-4 wurde der Anstieg der mittleren Gruppenbrechungsindexe mit der Literatur verglichen, wobei die absolute Abweichung für die verschiedenen Messungen sehr unterschiedlich ausfiel. Beispielsweise tritt bei Probe 21 eine sehr starke Abweichung des Anstiegs auf. Hierbei ist jedoch zu beachten, dass die mittleren Gruppenbrechungsindexe für diese Probe ein starkes SNR aufweisen. Die Approximation ist dementsprechend mit großen Unsicherheiten behaftet, was sich in dessen geringen Bestimmtheitsmaß (Tabelle 4-4) widerspiegelt. Es besteht somit eine hohe Wahrscheinlichkeit, dass die für Probe 21 ermittelten mittleren Brechungsindexe sehr unpräzise sind. Bei Betrachtung der $\bar{n}(\lambda)$ für die verschiedenen Messungen in Abbildung 4-12 ist erkennbar, dass auch bei Messungen mit Gruppenbrechungsindexen mit einem geringeren SNR und besserer Approximation die Brechungsindexverläufe von der Literatur abweichen. Es ist demnach anzunehmen, dass die Mittelung der ortsaufgelösten Brechungsindexe nicht ausreichend ist, um den Brechungsindex der untersuchten Proben, mit dieser Methode akkurat zu bestimmen.



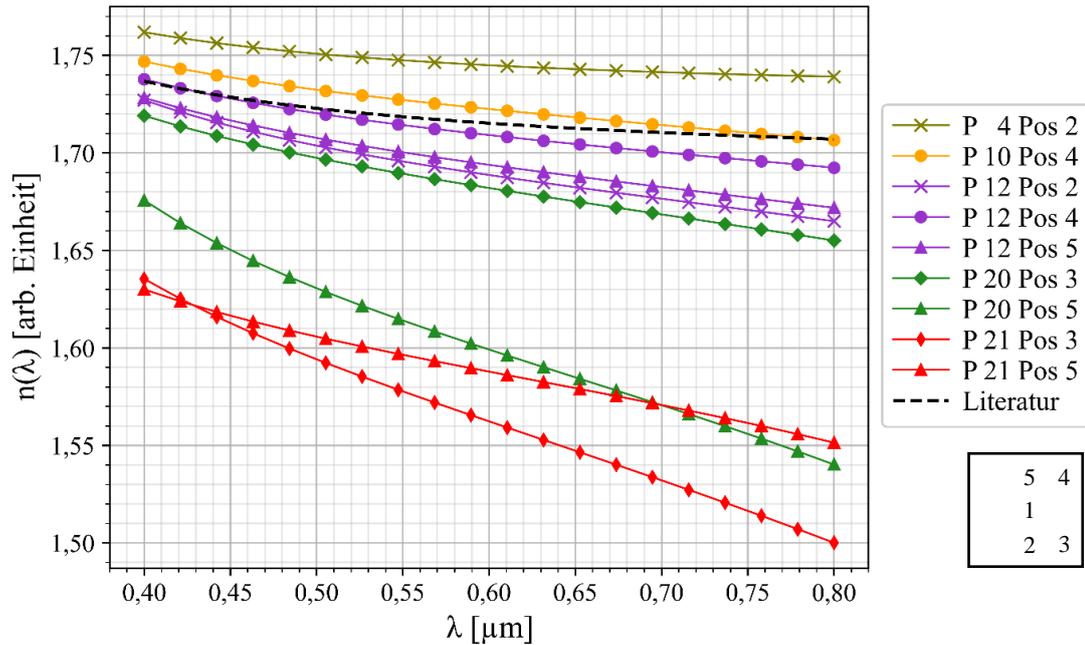


Abb. 4-12: mittlerer Brechungsindex der ausgewählten undotierten Spinellproben für verschiedene Positionen auf den Proben. Linien der gleichen Farbe gehören zu derselben Probe und gleiche Marker entsprechen dem gleichen Messpunkt auf der Probe. Um die möglichen Ursachen für die Abweichung der mittleren Brechungsindexe zu ergründen, wurde die Probe 12 genauer untersucht. Zu diesem Zweck wurde zunächst der orts aufgelöste Gruppenbrechungsindex betrachtet. Dieser wurde stellvertretend für den Messpunkt 2 in Abbildung 4-13 dargestellt. Betrachtet man die Gruppenbrechungsindexe $n_g(\lambda, y)$ so ist erkennbar, dass diese abgesehen von einem gewissen Rauschen entlang einer Linie verlaufen und sich voneinander nur mit einer geringen Abweichung im Bereich der vierten Kommastelle unterscheiden. Demnach ist die notwendige Homogenität, um die Berechnung des mittleren Brechungsindex, wie in Kapitel 4.2. durchzuführen, gegeben. Analog zu der Messung mit N-BK7 Glas sind auch hier Ausschläge bei 577 nm und 579 nm wahrzunehmen (Abb. 4-6 und 4-13). Dies bestätigt, dass diese Messunsicherheiten durch einen systematischen Fehler im Messaufbau verursacht wurden.

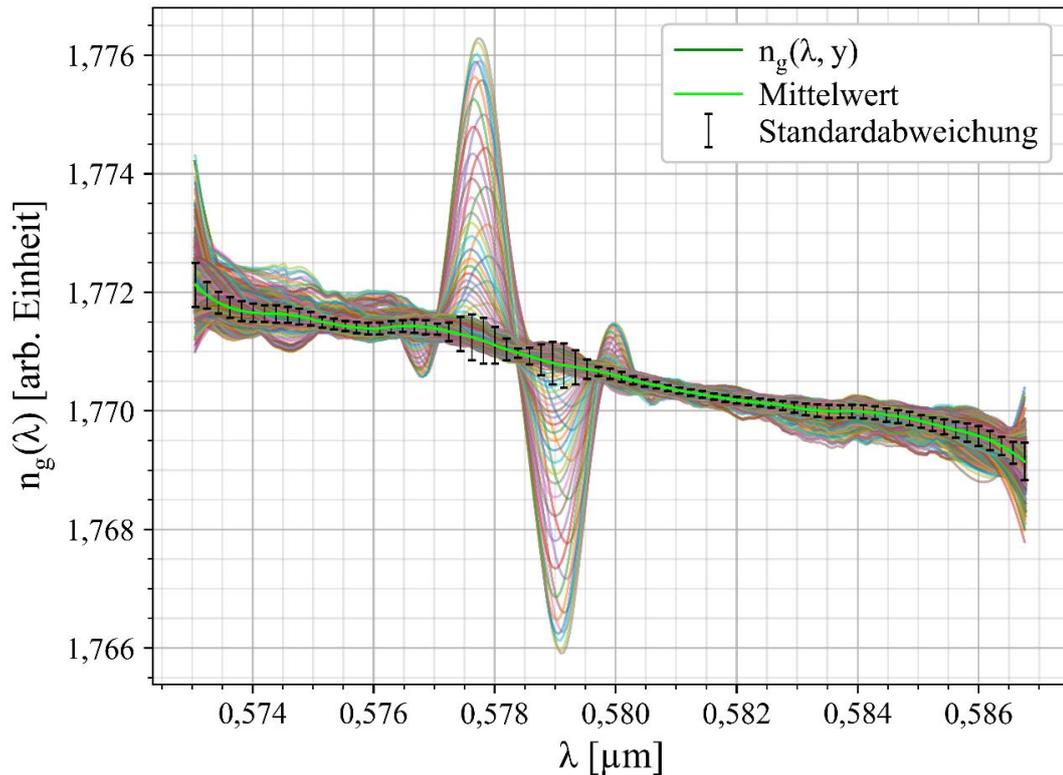
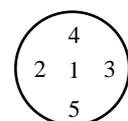


Abb. 4-13: orts aufgelöster Gruppenbrechungsindex der Probe 12 am Messpunkt 2, der über den Ort gemittelte Gruppenbrechungsindex (hellgrün) und die Standardabweichung der gesamten Gruppenbrechungsindexe $n_g(\lambda, y)$ in Form von Fehlerbalken

In Abbildung 4-14 **a)** wurden die mittleren Gruppenbrechungsindexe und die Sellmeier-Approximation für die Messpunkte 2, 4, und 5 auf Probe 12 gesondert dargestellt. Betrachtet man diese, ist zunächst erkennbar, dass die Gruppenbrechungsindexe für Messpunkte 4 und 5 übereinander liegen. Des Weiteren ist aus Tabelle 4-4 zu entnehmen, dass der Anstieg der Approximationskurven bis auf die zweite Kommastelle genau mit dem Anstieg der Literaturdaten übereinstimmt. In Abbildung 4-14 **b)** ist die Standardabweichung der $n_g(\lambda, y)$ zueinander für Probe 12 dargestellt. Dennoch weichen die Brechungsindexe für alle drei Messpunkte stark von der Literatur ab (Abb. 4-15) und unterscheiden sich auch voneinander, wobei die Brechungsindexe ausgehend von den Gruppenbrechungsindizes für die Messpunkte 4 und 5 annähernd identisch sein sollten. Es ist somit zu schlussfolgern, dass die Mittelung des ortsabhängigen Brechungsindex nicht ausreichend war, um den korrekten mittleren Brechungsindex für diese Proben zu ermitteln.

a)



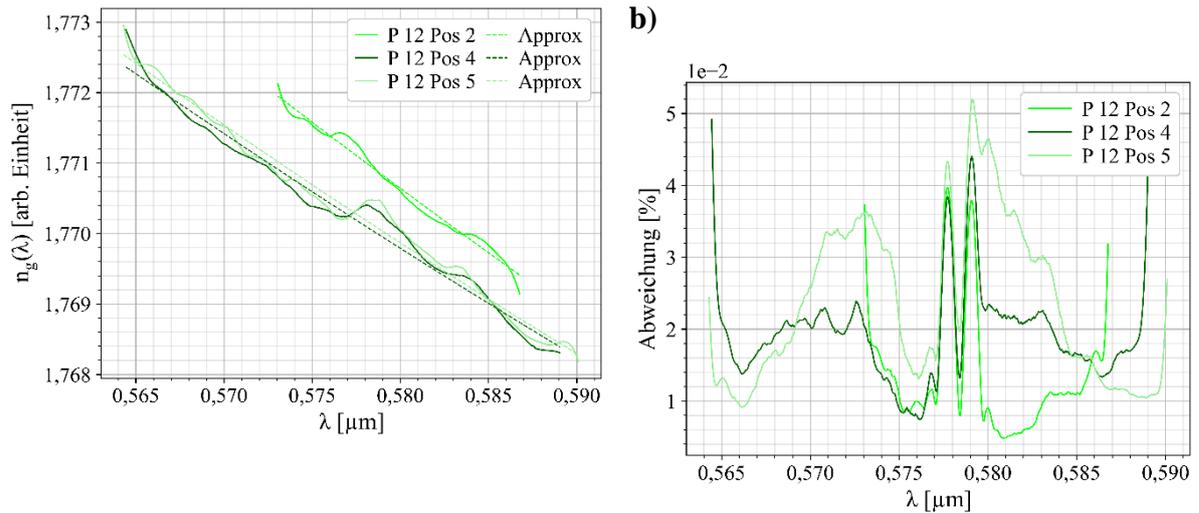


Abb. 4-14: a) gemittelter Gruppenbrechungsindex $\bar{n}_g(\lambda)$ mit Sellmeier-Approximationskurven und b) Standardabweichung der Gruppenbrechungsindexe $n_g(\lambda, y)$ voneinander für drei Messpunkte auf der Probe 12

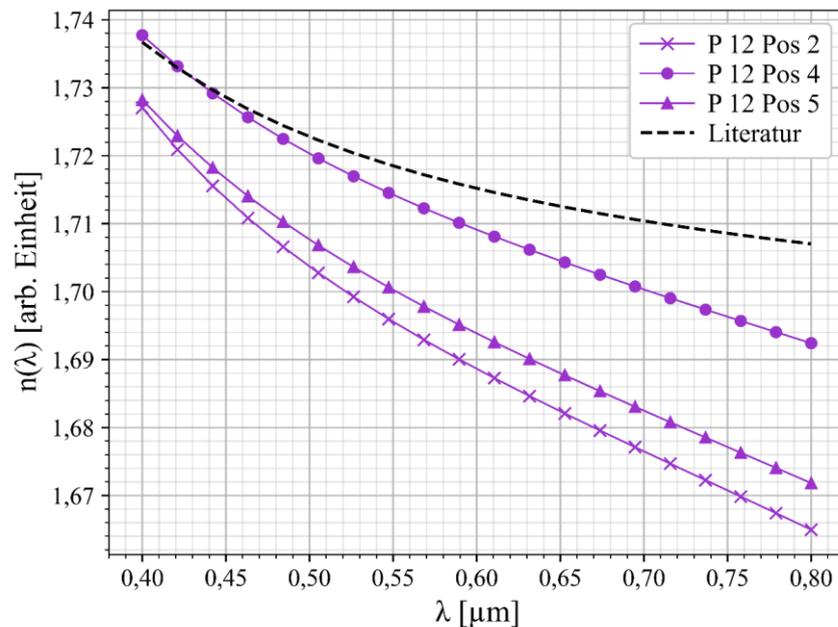


Abb. 4-15: gemittelter Brechungsindex für drei Messpunkte auf der Probe 12 im Vergleich mit Literaturwerten

4.3.2. SrO-dotierter Spinell

In diesem Teilkapitel wurden der Gruppenbrechungsindex und Brechungsindex von neun mit Strontiumoxid (SrO) dotierten Spinellproben ermittelt (Tabelle 4-5). Die Menge an Dotiermittel, die den Proben beigelegt wurde, ist dabei für alle Proben identisch.

Tabelle 4-5: Ausgewählte SrO-dotierte Spinellproben

Nr.	Pulver	Verhältnis $\text{MgO} \cdot x\text{Al}_2\text{O}_3$	Dicke [mm]	z ref corr [μm]	T_{sinter} [°C]	HIP T [°C] / t [h]
1	S30CR	-	3,920	6180,1	1490	1530/ 15

2	S30CR	-	3,835	6225,5	1490	1570/ 15
3	S30CR	-	3,820	6175	1480	1570/ 15
7	TSP-20	0,93	3,820	6252,2	1590	1600/ 15
8	TSP-20	0,93	3,875	6195	1600	1600/ 15
11	AHPA-AF	0,94	4,030	6154,6	1490	1500/ 15
15	AHPA	0,93	10,570	3656,5	1510	1600/ 15
18	AHPA	-	3,890	6169,9	1520	1520/ 15
19	AHPA	-	3,890	6200,2	1520	1520/ 15

Bei dem Vergleich der ermittelten Gruppenbrechungsindexe in Abbildung 4-16 ist festzustellen, dass die Proben 18 und 19 in jedem Aspekt identisch sind, was Pulver, Dotierung, Dicke und Verarbeitungsprozess angeht (Tabelle 4-5), aber die ermittelten Gruppenbrechungsindexe einen Offset von ca. 0,015 zueinander aufweisen. Eine mögliche Ursache hierfür liegt in der Dotierung. Als Dotiermaterial wurde den Spinellrohstoff Strontiumoxid als Feststoff beigefügt. Das SrO lagert sich bei der Dotierung entlang der Korngrenzen ab und ist in der Probe statistisch verteilt. Da jedoch nur eine sehr geringe Menge an Strontiumoxid beigesetzt wird, gibt es Bereiche mit mehr und weniger Dotiermittel. Dementsprechend ist es möglich, dass die Proben an den untersuchten Messpunkten unterschiedliche Konzentrationen an SrO aufweisen. Weiterführend ist aus Abbildung 4-16 zu entnehmen, dass die Gruppenbrechungsindexe für die Proben 1, 3 und 8 sehr nah beieinander liegen, obwohl die Proben unterschiedlich prozessiert wurden. Da diese Proben alle eine ähnliche Dicke besitzen, ist anzunehmen, dass die Sintertemperatur bei dotiertem Spinell einen geringeren Einfluss auf den Gruppenbrechungsindex hat als bei undotierten Spinell.

Ebenso wie bei den undotierten Spinellproben weisen die mittleren Brechungsindexe für die verschiedenen Proben unterschiedliche Verläufe auf, was in Abbildung 4-17 dargestellt ist. Da für dotierten Spinell keine Literaturangaben vorhanden sind, ist allerdings nicht abschätzbar wie stark diese Abweichung ausgeprägt ist. Bei Betrachtung der Brechungsindexe in Abbildung 4-17 ist jedoch feststellbar, dass die Brechungsindexkurven mit höheren Werten im Bereich der zweiten Kommastelle, beispielsweise Proben 2 und 15, dem Verlauf der Literaturwerte für undotierten Spinell mehr ähneln als die Kurven, die niedrigere Brechungsindexe beschreiben, wie beispielsweise Proben 18 und 19. Dennoch ist zu bemerken, dass die Brechungsindexe, die für die verschiedenen Messpunkte bei Proben 18 und 19 ermittelt wurden, eine große Ähnlichkeit miteinander aufweisen.

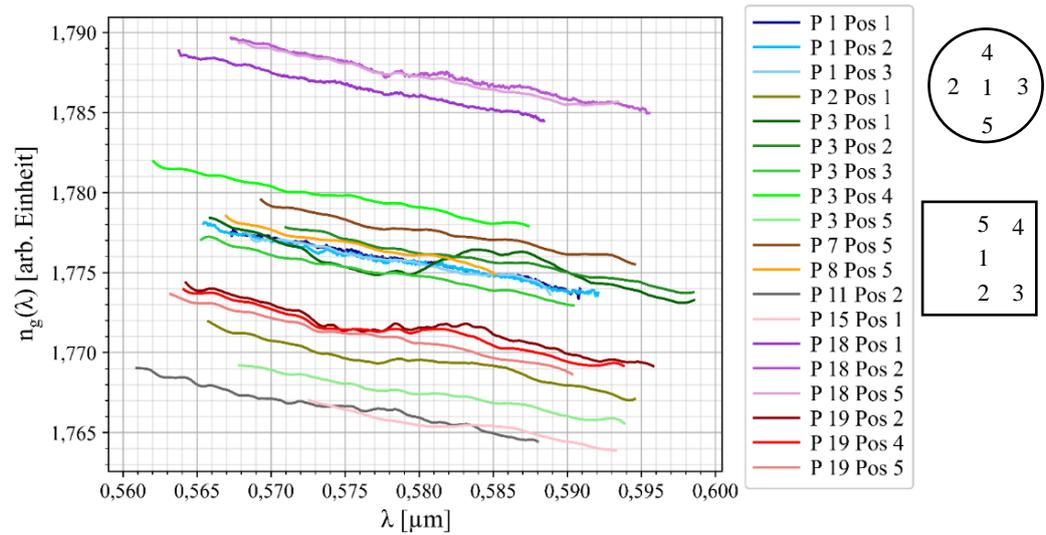


Abb. 4-16: Übersicht über die mit dem WPDE-Algorithmus ermittelten Gruppenbrechungsindex der ausgewählten SrO-dotierten Spinellproben für verschiedene Positionen auf der Probe gemäß Abbildung 4-9

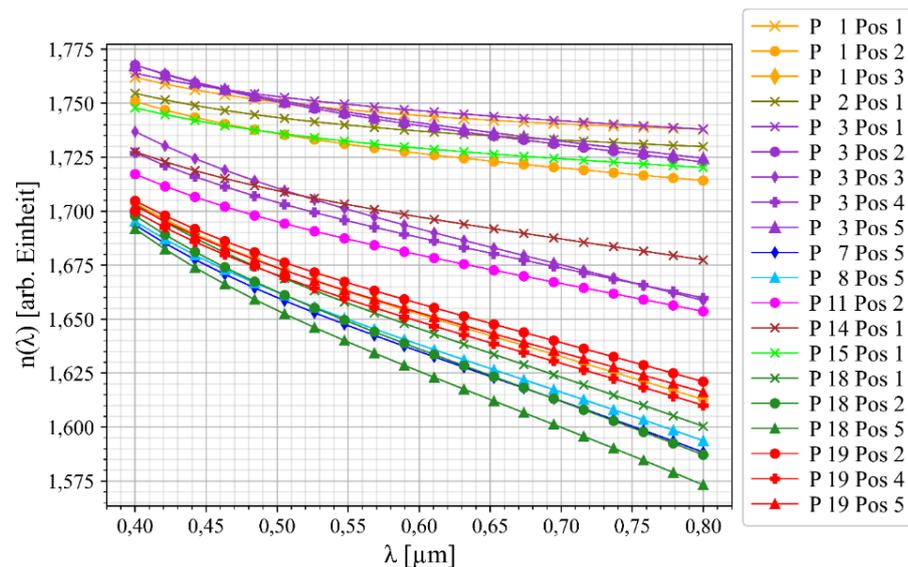


Abb. 4-17: mittlerer Brechungsindex der ausgewählten SrO-dotierten Spinellproben für verschiedene Positionen auf den Proben. Linien der gleichen Farbe gehören zu derselben Probe und gleiche Marker entsprechen dem gleichen Messpunkt auf der Probe

Wie bei der Auswertung der undotierten Spinellproben wurde auch hier eine Probe ausgewählt, um die Ergebnisse für die verschiedenen Messpunkte miteinander zu vergleichen. Betrachtet man die ermittelten mittleren Gruppenbrechungsindexe für die fünf Messpunkte auf Probe 3 in Abbildung 4-18 **a**), wird ersichtlich, dass diese sich teilweise im Bereich der zweiten Kommastelle unterscheiden. Anders als bei den undotierten Spinellen kann dies hier jedoch aus der Dotierung resultieren. Wie zuvor bereits erwähnt wurde, wurde den Spinellproben nur eine geringe Menge an Strontiumoxid beigefügt. Dies hat zur Folge, dass die Proben im Makroskopischen homogen dotiert sind, bei mikroskopischer Betrachtung die Dotiermittel-

verteilung jedoch inhomogen ist. Somit ist es möglich, dass in verschiedenen Bereichen der Probe unterschiedliche Brechungs- und Gruppenbrechungsindexe vorliegen. In Abbildung 4-18 **b)** ist dies gut erkennbar. Wobei auch hier eine numerisch bedingte Abweichung der ermittelten Brechungsindexe auftritt, kann eindeutig gesagt werden, dass selbst nach Korrektur dieser Abweichung die Brechungsindexe an den Messpunkten 1 und 2 oder 3 unterschiedlich ausfallen würden.

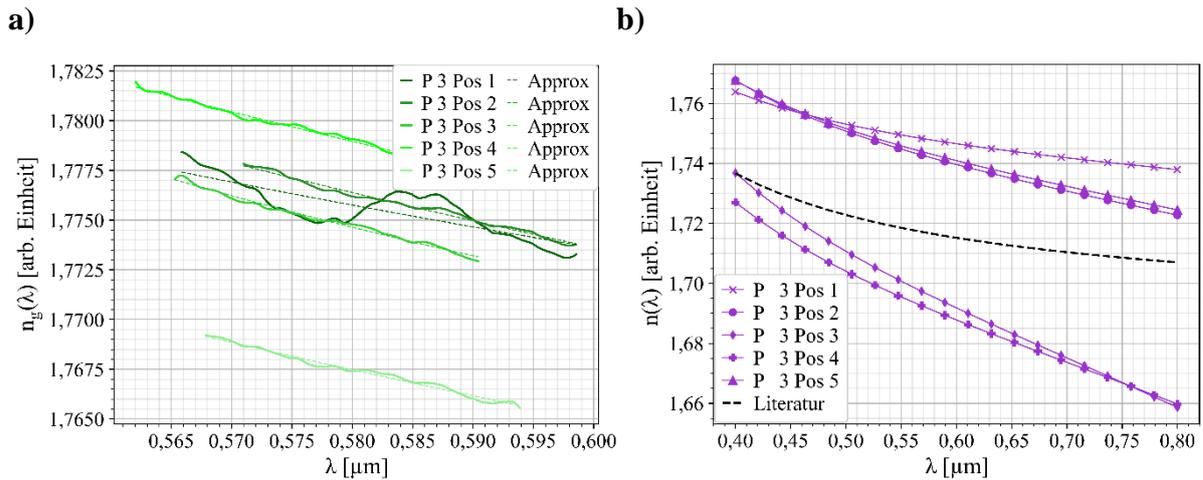


Abb. 4-18: **a)** mittlere Gruppenbrechungsindexe und Sellmeierapproximationskurven für Probe 3 für alle 5 Messpunkte und **b)** mittlere Brechungsindexe für Probe 3 für alle 5 Messpunkte im Vergleich mit dem Brechungsindex von undotiertem Spinell aus der Literatur

5. Fazit und Ausblick

In dieser Arbeit wurden der Brechungsindex und Gruppenbrechungsindex von undotierten und dotierten Spinellen untersucht. Zu diesem Zweck wurde ein Mach-Zehnder-Interferometeraufbau mit einer breitbandigen Weißlichtquelle realisiert. Für die Ermittlung des Gruppenbrechungsindex wurde der Wrapped Phase Derivative Evaluation (WPDE) Algorithmus nach Ch. Taudt [4] angewendet. Bei diesem Verfahren wird aus der Ableitung der Phase eines Interferenzsignals in einem kleinen Wellenlängenbereich unmittelbar um die Abgleichwellenlänge herum, dem Bereich von Interesse (BVI), der Gruppenbrechungsindex ermittelt. Getestet wurde diese Methode anhand von simulierten Daten für N-BK7 Glas und stöchiometrischen Spinell, wobei es möglich war, den Gruppenbrechungsindex für N-BK7 Glas mit einem RMSE von $9,22 \cdot 10^{-6}$ arb. Einheiten und für Spinell mit einem RMSE $2,76 \cdot 10^{-5}$ arb. Einheiten zu bestimmen. Dies zeigt, dass der WPDE-Algorithmus prinzipiell eine Gruppenbrechungsindexbestimmung bis zur vierten Kommastelle ermöglicht. Bei der Anwendung des WPDE-Algorithmus auf reale Messdaten für N-BK7 Glas konnte der Gruppenbrechungsindex mit einer hohen Genauigkeit bestimmt werden. Weiterhin konnte der Gruppenbrechungsindex für eine Auswahl an undotierten und SrO-dotierten Spinellproben ermittelt werden. Dabei zeigte sich deutlich, dass alle Spinellproben von der Literatur verschiedene Gruppenbrechungsindizes aufweisen. Es konnte weiterführend ermittelt werden, dass die Temperatur bei der Nachverdichtung durch Heiß-Isostatisches-Pressen (HIP) einen signifikanten Einfluss auf die Höhe des Gruppenbrechungsindex hat. Somit konnte bewiesen werden, dass eine höhere HIP-Temperatur bei ansonsten gleich prozessierten Proben zu einem größeren Brechungsindex mit Unterschieden im Bereich der zweiten Kommastelle führt.

Weiterführend wurde mit Hilfe einer Sellmeier-Approximation aus dem ermittelten Gruppenbrechungsindex der Brechungsindex ermittelt. Für ideal simulierte Daten war dies mit einer Genauigkeit von $2,64 \cdot 10^{-4}$ arb. Einheiten für ein dispersives Element im Objektarm des Interferometers (N-BK7 Glas) und mit einer Genauigkeit von $3,54 \cdot 10^{-4}$ arb. Einheiten für zwei disperse Elemente im Objektarm des Interferometers (N-BK7 Glas + Spinell) möglich. Bei mit geringem Rauschen (-25,2 dB) versetzten simulierten Daten für 1000 Interferenzspektren kam es jedoch bei der Berechnung des Brechungsindex zu erheblichen Diskrepanzen. Dieses Verhalten ist dem geschuldet, dass die Sellmeier-Approximationsfunktion im Vergleich zu den für den Gruppenbrechungsindex vorhandenen Daten in dem kleinen Wellenlängenbereich des BVIs eine höhere Komplexität aufweist als die Messdaten. Als Konsequenz besitzen die

ermittelten Sellmeierkoeffizienten nicht die ihnen typischerweise zugeschriebene physikalische Bedeutung. Dennoch war es möglich, durch Mittelung über 1000 $n_i(\lambda)$ -Messwerte den korrekten Brechungsindex für die simulierten Daten zu ermitteln. Das zeigt, dass die gestreuten Brechungsindexe $n_i(\lambda)$ eine gewisse Verteilung aufweisen, wobei der Mittelwert dem Literaturwert entspricht. Für reale Messdaten für N-BK7 Glas konnte dieses Verhalten bestätigt werden. Es konnte bewiesen werden, dass bei einer hohen optischen Homogenität durch Mittelung über den Ort aus 1717 $n(\lambda, y)$ ein mittlerer Brechungsindex $\bar{n}(\lambda)$ für N-BK7 Glas ermittelt werden konnte, der mit einem RMSE von $4,9 \cdot 10^{-4}$ arb. Einheit mit den Literaturwerten übereinstimmt. Ein Nachteil dieser Methode ist jedoch, dass die Mikroortsauflösung mit dieser Methode verloren geht.

Bei der Ermittlung des Brechungsindex für Spinell mit dieser Methode musste jedoch festgestellt werden, dass die einfache Mittelung von $n(\lambda, y)$ über den Ort nicht ausreichend war, um den Brechungsindex zuverlässig zu bestimmen. Weiterführend konnte jedoch bei der Untersuchung der SrO-dotierten Spinellproben festgestellt werden, dass eine Brechungsindexveränderung aufgrund von geringfügigen Änderungen in der Konzentration des Dotiermittels in der Probe deutlich sichtbar gemacht werden kann. Dementsprechend ist eine Brechungsindexänderung innerhalb einer Probe registrierbar, auch wenn die tatsächliche optische Homogenität aufgrund der numerisch bedingten Abweichung des Brechungsindex nicht möglich war.

Zusammenfassend ist also zu sagen, dass der Gruppenbrechungsindex für verschiedene Spinellproben erfolgreich ermittelt wurde und der Einfluss der HIP-Temperatur auf den Brechungsindex von Spinellen bestätigt werden konnte. Bei der Berechnung des Brechungsindex von Spinellen durch Sellmeier-Approximation des Gruppenbrechungsindex sind jedoch aufgrund von der Diskrepanz in der Komplexität der Messdaten und des Approximationsmodells Komplikationen aufgetreten, sodass der Brechungsindex nicht korrekt bestimmt werden konnte. Es ist demnach notwendig eine zusätzliche Bedingung für die Beziehung der Sellmeierkoeffizienten zueinander zu finden. Dies könnte beispielsweise in einer fortführenden Arbeit durch Injektion von variablem Rauschen in das Messsignal erfolgen, sodass die Mikroauflösung des orts- und wellenlängenabhängigen Brechungsindex wiederhergestellt werden kann.

V. Literaturverzeichnis

- [1] A. Pille, „Développement de céramiques d'alumine et de spinelle optiquement transparentes à microstructure fine,“ Université Sorbonne Paris Cité, Dpt. Science des Matériaux (Mechanics of materials), Paris, 2018, pp. 7-8, Englisch.
- [2] D. Kahraman, Herstellung und Eigenschaften von Optokeramiken auf der Basis von Mg-Spinell und Aluminiumoxid, Karlsruhe: KIT Scientific Publishing, 2010.
- [3] W. J. Tropf und M. E. Thomas, „Magnesium Aluminium Spinel (MgAl₂O₄)“, in *Handbook of Optical Constants of Solids II*, Bd. II, Academic Press INC., 1991, pp. 883-895.
- [4] C. Taudt, „Polymer Characterization,“ in *Development and Characterization of a Dispersion-Encoded Method for Low-Coherence Interferometry*, Wiesbaden, Springer Vieweg Verlag, 2022, p. 89 ff.
- [5] M. Rubat du Merac, H.-J. Kleebe, M. M. Müller und I. E. Reimanis, „Fifty Years of Research and Development Coming to Fruition; Unraveling the Complex Interactions during Processing of Transparent Magnesium Aluminate (MgAl₂O₄) Spinel,“ *Journal of the American Ceramic Society*, Bd. 96, Nr. 11, pp. 3341-3365, November 2013.
- [6] S. Wang, J. Zhang, D. Luo, F. Gu, D. Tang, Z. Dong, G. Tan, W. Que, T. Zhang, S. Li und L. Kong, „Transparent ceramics: Processing, materials and applications,“ *Progress in Solid State Chemistry*, Bd. 41, Nr. 1-2, pp. 20-54, Mai 2013.
- [7] J. Bischoff, „Charakterisierung optischer Eigenschaften von polykristallinen Keramiken in Abhängigkeit von deren Prozessierung,“ Zwickau, 2023.
- [8] H. Salmang und H. Scholze, *Keramik*, 7. Hrsg., Berlin, Heidelberg, New York: Springer Verlag, 2006, pp. 2-8.
- [9] T. Haase, *Keramik*, 2. Auflage Hrsg., Leipzig: Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, 1968.
- [10] H. W. Hennieke, „Zum Begriff Keramik und zur Einteilung keramischer Werkstoffe,“ *Ber. Dtsch. Kearam. Ges.*, Nr. 44, pp. 209-211, 1967.
- [11] V. d. K. I. e.V., Hrsg., *Brevier Technische Keramik*, Lauf an der Pegnitz: Fahner Verlag, 2003, pp. 18-22.

- [12] T. Baiatu, U. Böttger, R. Bormann, F. J. Esper und (Sonstige), KERAMIK, H. Schaumburg, Hrsg., Stuttgart: Teubner Verlag, 2994, pp. 1, 5.
- [13] Z. Xiao, S. Yu, Y. Li, S. Ruan, L. B. Kong, Q. Huang, Z. Huang, K. Zhou, H. Su, Z. Yao, W. Que, Y. Liu, T. Zhang und D. Tang, „Materials development and potential applications of transparent ceramics: A review,“ *Materials Science & Engineering: R: Reports*, Bd. 139, p. 100518, Januar 2020.
- [14] A. Ikesue und Y. L. Aung, „Ceramic laser materials,“ *Nature Photonics*, Bd. 2, pp. 721-727, Dezember 2008.
- [15] W. Pfeiler, Experimentalphysik, Bde. 1 von 4: Optik, Strahlung, Berlin: De Gruyter Studium, 2017.
- [16] J. Dr. Klimke und A. Dr. Krell, „Optische Keramiken mit spezifisch eingestellter spektraler Transmission,“ Fraunhofer IKTS, Dresden, 2014/15.
- [17] O. J. Akinribide, G. N. Mekgwe, S. O. Akinwamide, F. Gamaoun, C. Abeykoon, O. T. Johnson und P. A. Olubambi, „A review on optical properties and application of transparent ceramics,“ *Journal of Materials Research and Technology*, Bd. 21, pp. 712-738, November-Dezember 2022.
- [18] A. Krell, J. Klimke und T. Hutzler, „Transparent compact ceramics: Inherent physical issues,“ *Optical Materials*, pp. 1144-1150, 12 Februar 2009.
- [19] R. Apetz und M. P. B. van Bruggen, „Transparent Alumina: A Light-Scattering Model,“ *Journal of the American Ceramic Society - J AMER CERAM SOC*, Nr. 86, pp. 480-486, 03 2003.
- [20] S. Hildebrandt, U. Schindler, T. Hutzler, I. Thiel und S. Golbs, *Theorie zur transparenten Keramik*, Dresden: Fraunhofer IKTS, 2022.
- [21] P. Zhao, H. Zhao, J. Yu, H. Zhang, H. Gao und Q. Chen, „Crystal structure and properties of Al₂O₃-Cr₂O₃ solid solutions with different Cr₂O₃ contents,“ *Ceramics International*, Bd. 44, Nr. 2, pp. 1356-1361, 1 Februar 2018.
- [22] N. Peng, C. Deng, H. Zhu, J. Li und S. Wang, „Effects of alumina sources on the microstructure and properties of nitrided Al₂O₃-C refractories,“ *Ceramics International*, Bd. 41, Nr. 4, pp. 5513-5524, Mai 2015.
- [23] E. G. Fu, Y. Fang, M. J. Zhao, S. J. Zheng, Z. X. Bi, Y. Q. Wang, M. Tang, X. Ding, W. Z. Han, H. M. Luo, J. K. Baldwin, A. Misra und M. Nastasi, „Interface structure of Nb

- films on single crystal MgO(1 0 0) and MgO(1 1 1) substrates," *Acta Materialia*, Bd. 64, pp. 100-112, Februar 2014.
- [24] A. Mondal und S. Ram, „Reconstructive phase formation of ZrO₂ nanoparticles in a new orthorhombic crystal structure from an energized porous ZrO(OH)₂·xH₂O precursor," *Ceramics International*, Bd. 30, Nr. 2, pp. 239-249, 2004.
- [25] E. Djurado, P. Bouvier und G. Lucazeau, „Crystallite Size Effect on the Tetragonal-Monoclinic Transition of Undoped Nanocrystalline Zirconia Studied by XRD and Raman Spectrometry," *Journal of Solid State Chemistry*, Bd. 149, Nr. 2, pp. 399-407, 1 Februar 2000.
- [26] M. Aghazadeh, A.-A. M. Barmi, H. M. Shiri und S. Sedaghat, „Cathodic electrodeposition of Y(OH)₃ and Y₂O₃ nanostructures from chloride bath. Part II: Effect of the bath temperature on the crystal structure, composition and morphology," *Ceramics International*, Bd. 39, Nr. 2, pp. 1045-1055, Merz 2013.
- [27] S. V. Ovsyannikov, E. Bykova, M. Bykov, M. D. Wenz, A. S. Pakhomova, K. Glazyrin, H.-P. Liermann und L. Dubrovinsky, „Structural and vibrational properties of single crystals of Scandia, Sc₂O₃ under high pressure," *Journal of Applied Physics*, Bd. 118, Nr. 16, p. 118, 28 Oktober 2015.
- [28] J. Zeler, L. B. Jerzykiewicz und E. Zych, „Flux-Aided Synthesis of Lu₂O₃ and Lu₂O₃:Eu—Single Crystal Structure, Morphology Control and Radioluminescence Efficiency," *Materials*, Bd. 7, Nr. 10, pp. 7059-7072, 20 Oktober 2014.
- [29] J. Li, Y. Pan, F. Qiu, Y. Wu, W. Liu und J. Guo, „Synthesis of nanosized Nd:YAG powders via gel combustion," *Ceramics International*, Bd. 33, Nr. 6, pp. 1047-1052, August 2007.
- [30] S. Takahashi, A. Kan und H. Ogawa, „Microwave dielectric properties and crystal structures of spinel-structured MgAl₂O₄ ceramics synthesized by a molten-salt method," *Journal of the European Ceramic Society*, Bd. 37, Nr. 3, pp. 1001-1006, März 2017.
- [31] I. A. Aksay, D. M. Dabbs und M. Sarikaya, „Journal of the American Ceramic Society," *Mullite for Structural, Electronic, and Optical Applications*, Bd. 74, Nr. 10, pp. 2341-1721, Oktober 1991.
- [32] S. von Helden, *Mechanische Eigenschaften transparenter Keramik im Vergleich mit gehärteten und ungehärteten Gläsern*, Aachen: Von der Fakultät für Maschinenwesen

der Rheinisch-Westfälischen Technischen Hochschule Aachen zur Erlangung des akademischen Grades eines Doktors der Ingenieurwissenschaften genehmigte Dissertation, 2020.

- [33] S. Kasap und P. Capper, Hrsg., Springer Handbook of electronic and photonic materials with 168 tables, 2 Hrsg., New York: Springer Verlag, 2006.
- [34] K. A. Wickersheim und R. A. Lefever, „Optical Properties of Synthetic Spinel,“ *Journal of the Optical Society of America*, Bd. 50, Nr. 8, pp. 831_1-832, 1960.
- [35] M. Bass, C. M. DeCusatis und J. M. Enoch, Handbook of Optics, 3 Hrsg., Bd. IV, O. S. o. America, Hrsg., McGraw-Hill Professional Verlag, 2009, p. 2.63.
- [36] M. E. Thomas, „A computer code for modelling optical properties of window materials,“ *Window and Dome Technologies and Materials*, Nr. 1112, pp. 260-0, September 1989.
- [37] „Spektrum.de/ Lexikon der Optik/ Absorption,“ Spektrum Akademischer Verlag, Heidelberg, 1999. [Online]. Available: <https://www.spektrum.de/lexikon/optik/absorption/50>. [Zugriff am 27 Oktober 2023].
- [38] A. Krell, J. Klimke und T. Hutzler, „Transmission physics and consequences for materials selection, manufacturing, and applications,“ *Journal of the European Ceramic Society*, pp. 207-221, 23 Mai 2008.
- [39] H. Delbarre, C. Przygodzki, M. Tassou und D. Boucher, „High-precision index measurement in anisotropic crystals using white-light spectral interferometry,“ *Applied Physics B*, Nr. 70, pp. 45-51, Januar 2000.
- [40] Schott - glass made of ideas, „TIE-26 Homogeneity of optical glass,“ *Technical Information - Optics for devices*, Juli 2004.
- [41] „Homogenität und Streuung durch Einschlüsse und Blasen,“ Edmund Optics, 2024. [Online]. Available: <https://www.edmundoptics.de/knowledge-center/application-notes/lasers/homogeneity-and-scatter-from-inclusions-and-bubbles/>. [Zugriff am 11 Mai 2024].
- [42] S. Roth und A. Stahl, Optik: Experimentalphysik - anschaulich erklärt, Berlin [Heidelberg]: Springer-Verlag GmbH, 2019, p. 360 ff.
- [43] E. Hecht, Optik, 4. Hrsg., München, Wien: Oldenburg Wissenschaftsverlag GmbH, 2005, p. 631 ff.

- [44] P. Hartmann, *Räumliche Kohärenz*, Zwickau, 2012.
- [45] F. L. Pedrotti, L. S. Pedrotti, W. Bausch und H. Schmidt, *Optik für Ingenieure - Grundlagen*, 2. Hrsg., Berlin: Springer-Verlag, 2002, p. 274 ff.
- [46] J. D. Ellis und S. o. P.-o. I. Engineers, *Field Guide to Displacement Measuring Interferometry*, Bellingham, Washington, USA: SPIE field guides, 2014.
- [47] SCHOTT North America, Inc., „Data Sheet - SCHOTT: SCHOTT N-BK 7® 517642.251,“ Duryea, USA, 2017.
- [48] M. Polyanskiy, „Refractiveindex.info database of optical constants,“ *Sci Data 11*, Nr. 94, 18 January 2024.
- [49] D. L. Zehnder, „Ein neuer Interferenzrefraktor,“ *Zeitschrift für Instrumentenkunde 11*, pp. 275-285, August 1891.
- [50] L. Mach, „Ueber einen Interferenzrefraktor,“ *Zeitschrift für Instrumentenkunde 12*, pp. 89-93, März 1892.
- [51] Edmund Optics Worldwide, „edmundoptics.eu,“ Edmund Optics, 2024. [Online]. Available: <https://www.edmundoptics.eu/knowledge-center/application-notes/optomechanics/building-a-mach-zehnder-interferometer/>. [Zugriff am 8 April 2024].

Anhang

A. Herleitung Interferenzfunktion Mach-Zehnder-Interferometer

Ausgehend von der Wellenfunktion (2.24) besteht der oszillierende Teil der Wellenfunktion aus einem zeitabhängigen Term $\exp(i(\omega t))$ und einem ortsabhängigen Term $\exp(i(kz))$. Betrachtet man diese Terme separat, so zeigt sich, dass der ortsabhängige Term als eine Funktion der Zeit geschrieben werden kann:

$$k \cdot z = \frac{2\pi}{\lambda} \cdot (c \cdot t)$$

mit $\omega = 2\pi \cdot f$ und $f = 1 \cdot T^{-1} = c \cdot \lambda^{-1}$ ergibt sich für die beiden Funktionsterm der Zusammenhang:

$$\omega t = \frac{2\pi}{\lambda} \cdot ct = kz$$

Aufgrund dessen, dass in der Praxis nur die zeitgemittelte Intensität der elektromagnetischen Welle an einer Position z gemessen werden kann, wird im weiteren Verlauf der Herleitung nur der ortsabhängige Term der Wellenfunktion für den oszillierenden Teil verwendet, da nur dieser hier relevant ist und wie oben gezeigt theoretisch identisch mit dem zeitabhängigen Term ist. Für die Herleitung der Intensitätsfunktion für ein Mach-Zehnder-Interferometer aus dem E-Feld bedeutet dies, dass

$$E = E_1 + E_2 \qquad E_1 = E_{01} \cdot e^{ikz} \qquad E_2 = E_{02} \cdot e^{ik(z+\delta)}$$

Nach Delbarre et al. [39] gilt weiterführend:

$$I \propto EE^* \qquad I_{\text{ref}} \propto E_1 E_1^* \qquad I_{\text{obj}} \propto E_2 E_2^*$$

und

$$I \propto (E_1 + E_2)(E_1 + E_2)^* = (E_1 + E_2)(E_1^* + E_2^*) = E_1 E_1^* + E_2 E_1^* + E_1 E_2^* + E_2 E_2^*$$

mit $I'_{\text{ref}} = E_1 E_1^*$ und $I'_{\text{obj}} = E_2 E_2^*$ ergibt sich somit für die Gesamtintensität des messbaren Interferenzsignals

$$I' = I'_{\text{ref}} + I'_{\text{obj}} + \underbrace{E_2 E_1^* + E_1 E_2^*}_{(1)}$$

Durch Ausmultiplizieren der Terme $E_2 E_1^*$ und $E_1 E_2^*$ entsprechend

$$\begin{aligned} E_2 E_1^* &= E_{02} \cdot e^{ik\Delta} \cdot E_{01} \cdot e^{-ikz} = E_{02} E_{01} \cdot e^{ik[\Delta-z]} = E_{02} E_{01} e^{ik\delta} \\ E_1 E_2^* &= E_{01} \cdot e^{ikz} \cdot E_{02} \cdot e^{-ik\Delta} = E_{01} E_{02} \cdot e^{ik[z-\Delta]} = E_{01} E_{02} e^{-ik\delta} \end{aligned}$$

mit $\Delta - z = \delta$ und $E_{01} E_{02} = E_{02} E_{01}$ aufgrund der 50:50 Strahlteilung ergibt sich für die Teilfunktion (1):

$$(1) = E_{02} E_{01} \cdot e^{ik\delta} + E_{01} E_{02} \cdot e^{-ik\delta} = E_{01} E_{02} \cdot \underbrace{(e^{ik\delta} + e^{-ik\delta})}_{(2)}$$

Durch Anwendung der Eulerrelation entsprechen

$$e^{i\varphi} = \cos(\varphi) + i \sin(\varphi) \quad e^{-i\varphi} = \cos(\varphi) - i \sin(\varphi) \quad e^{i\varphi} + e^{-i\varphi} = 2 \cos(\varphi)$$

Kann der Phasenterm (2) über den Kosinus folgendermaßen berechnet werden.

$$(2) = e^{ik\delta} + e^{-ik\delta} = 2 \cos(k\delta)$$

Ohne Interferenz können die Intensitätsfunktionen für die beiden Interferometerarme unter der Bedingung $\sqrt{I'} \stackrel{!}{=} |E_0|$ mit $E_{01}, E_{02} \stackrel{!}{\in} \mathbb{R}$ wie folgt weiter vereinfacht werden:

$$I'_{\text{ref}} = E_1 E_1^* = E_{01} \cdot e^{ikz} \cdot E_{01} \cdot e^{-ikz} = E_{01}^2 \quad I'_{\text{obj}} = E_2 E_2^* = E_{02} \cdot e^{ikz} \cdot E_{02} \cdot e^{-ikz} = E_{02}^2$$

Die Gesamtintensität des messbaren Interferenzsignals wird also mit

$$I' = I'_{\text{ref}} + I'_{\text{obj}} + 2 \cdot \sqrt{I'_{\text{ref}} \cdot I'_{\text{obj}}} \cdot \cos(k\delta)$$

B. Herleitung Phasenterm Mach-Zehnder-Interferometer

Der Kosinus des Phasenterms der Interferenzfunktion kann wie folgt formuliert werden:

$$\cos(\varphi(\lambda)) = \cos\left(\sum_{i=1}^N k_i \delta_i\right) = \cos\left(k_0 \cdot \sum_{i=1}^N n_i(\lambda) \delta_i\right)$$

Wobei $k_0 = \frac{2\pi}{\lambda}$ und $k_i = k_0 \cdot n_i(\lambda)$ sind. Daraus folgt für die Phase $\varphi(\lambda)$:

$$\varphi(\lambda) = k_0 \cdot \sum_{i=1}^N n_i(\lambda) \delta_i$$

Für ein Zweistrahlinterferometer mit separaten Objekt- und Referenzarmen, wie beispielweise ein Mach-Zehnder-Interferometer bedeutet das, dass die geometrische Wegdifferenz der beiden Arme wie folgt ermittelt werden kann.

$$\delta = z_{\text{ref}} - z_{\text{obj}}$$

Für den Fall, dass Luft in beiden Armen ist, gilt hierbei mit $n_L(\lambda) = 1$:

$$z_{\text{obj}} = z_{\text{ref}} \rightarrow \delta = 0$$

In diesem Fall sind der geometrische Weg und der optische Weg identisch. Mit Einführung eines dispersiven Elements in den Objektarm wird der geometrische Weg z_{obj} aus der Summe der Elementdicke und dem in Luft zurückgelegten Weg gebildet.

$$z_{\text{obj}} = z_{\text{DE}} + z'_{\text{obj}}$$

Die optische Weglänge wird weiterführend definiert mit

$$z = \sum_{i=1}^N n_i(\lambda) z_i$$

Für den Objektarm mit dispersiven Element bedeutet dies, dass die optische Weglänge mit

$$z = z'_{\text{obj}} \cdot n_L(\lambda) + z_{\text{DE}} \cdot n_{\text{DE}}(\lambda)$$

ermittelt wird, wobei z'_{obj} die geometrische Weglänge in Luft und z_{DE} die geometrische Weglänge im dispersiven Element sind. Weiterführend wird der Brechungsindex von Luft $n_L(\lambda)$ mit 1 angenommen und wird in den folgenden Relationen nicht mehr mitgeführt. Für die optische Wegdifferenz bedeutet das, dass

$$\delta = z_{\text{ref}} - z_{\text{obj}} = z_{\text{ref}}^* - z_{\text{obj}}^*$$

wobei $z_{\text{ref}}^* = z_{\text{ref}}$ und $z_{\text{obj}}^* = z'_{\text{obj}} + n_{\text{DE}}(\lambda) \cdot z_{\text{DE}}$ ist.

Infolgedessen ergibt sich somit für die optische Wegdifferenz

$$\delta = z_{\text{ref}}^* - (z'_{\text{obj}} + n_{\text{DE}}(\lambda) \cdot z_{\text{DE}})$$

$$\delta = (z_{\text{ref}} - z_{\text{obj}}) - z_{\text{DE}} + n_{\text{DE}}(\lambda) \cdot z_{\text{DE}}$$

Da die geometrische Weglänge im dispersiven Element z_{DE} der Dicke des Elements entspricht, wird sie weiterführend als d_{DE} bezeichnet.

$$\delta = z_{\text{ref}} - z_{\text{obj}} + d_{\text{DE}}(n_{\text{DE}}(\lambda) - 1)$$

Wird von dem Ausgangspunkt von $z_{\text{obj}} = z_{\text{ref}}$ in Luft an der Stelle der Ausgleichswellenlänge ausgegangen, so wird die optische Weglänge um

$$\delta = d_{\text{DE}}(n_{\text{DE}}(\lambda) - 1)$$

verändert. Der Phasenterm des Interferenzsignals wird somit definiert mit

$$\varphi(\lambda) = \frac{2\pi}{\lambda} \cdot z_{\text{DE}}(n_{\text{DE}}(\lambda) - 1) \pm \delta \quad \text{Mit } \delta \rightarrow 0$$

Der Parameter δ ist hierbei ein Korrekturfaktor, welcher gegen Null strebt und auf geringe Abweichungen zwischen den Weglängen der beiden Interferometerarme in der Praxis zurückzuführen ist. Für weitere dispersive Elemente im Objektarm gilt somit für die optische Wegdifferenz:

$$\delta = \sum_{i=1}^N d_i (n_i(\lambda) - 1)$$

und für den Phasenterm:

$$\varphi(\lambda) = \frac{2\pi}{\lambda} \cdot \left[\sum_{i=1}^N d_i (n_i(\lambda) - 1) \right] \pm \delta$$

C. Ableitung Sellmeierfunktion Gruppen- und Brechungsindex

C.1. Ableitung des Brechungsindex für N-BK7 Glas:

Sellmeierfunktion für N-BK7 Glas:

$$n^2 - 1 = \sum_{i=1}^3 \frac{A_i \cdot \lambda^2}{\lambda^2 - B_i}$$

Umstellung nach $n(\lambda)$:

$$n(\lambda) = \sqrt{\sum_{i=1}^3 \frac{A_i \cdot \lambda^2}{\lambda^2 - B_i} + 1}$$

Durch Anwendung der Kettenregel $y = u(v(x)) \rightarrow y' = u'(v(x)) \cdot v'(x)$ ergeben sich folgende Teilfunktionen:

$$u(v(\lambda)) = \sqrt{v(\lambda)} = (v(\lambda))^{\frac{1}{2}}$$

$$u'(v(\lambda)) = \frac{1}{2} \cdot (v(\lambda))^{-\frac{1}{2}}$$

$$v(\lambda) = \sum_{i=1}^3 \frac{A_i \cdot \lambda^2}{\lambda^2 - B_i} + 1$$

$$v'(\lambda) = ?$$

Bei der Ableitung der inneren Funktion $v(\lambda)$ entfällt die Konstante (+1) raus. Der verbleibende Term wird weiterführend durch Anwendung der Quotientenregel $y = \frac{u}{v} \rightarrow y' = \frac{u'v - uv'}{v^2}$ abgeleitet. Dabei ergeben sich mit

$$\sum_{i=1}^3 \frac{A_i \cdot \lambda^2}{\lambda^2 - B_i} = \frac{g(\lambda)}{h(\lambda)}$$

folgende Teilfunktionen:

$$g(\lambda) = \sum_{i=1}^3 A_i \cdot \lambda^2$$

$$g'(\lambda) = \sum_{i=1}^3 2 \cdot A_i \cdot \lambda$$

$$h^2(\lambda) = \sum_{i=1}^3 (\lambda^2 - B_i)^2$$

$$h(\lambda) = \sum_{i=1}^3 \lambda^2 - B_i$$

$$h'(\lambda) = \sum_{i=1}^3 2 \cdot \lambda$$

Abgeleitet ergibt sich für die innere Funktion $v(\lambda)$ somit:

$$v'(\lambda) = \frac{g'(\lambda) \cdot h(\lambda) - g(\lambda) \cdot h'(\lambda)}{h^2(\lambda)}$$

$$v'(\lambda) = \sum_{i=1}^3 \left(\frac{2 \cdot A_i \lambda \cdot (\lambda^2 - B_i) - A_i \lambda^2 \cdot 2\lambda}{(\lambda^2 - B_i)^2} \right)$$

$$v'(\lambda) = \sum_{i=1}^3 \left(\frac{2 \cdot A_i \lambda \lambda^2 - 2A_i B_i \lambda - 2A_i \lambda \lambda^2}{(\lambda^2 - B_i)^2} \right)$$

$$v'(\lambda) = \sum_{i=1}^3 \left(\frac{-2A_i B_i \lambda}{(\lambda^2 - B_i)^2} \right) = G(\lambda)$$

Die Ableitung des Brechungsindex ergibt sich somit folgendermaßen:

$$n'(\lambda) = \frac{1}{2} (v(\lambda))^{-\frac{1}{2}} \cdot v'(\lambda)$$

$$n'(\lambda) = \frac{1}{2} \left(\sum_{i=1}^3 \frac{A_i \lambda^2}{\lambda^2 - B_i} + 1 \right)^{-\frac{1}{2}} \cdot \sum_{i=1}^3 \frac{-2A_i B_i \lambda}{(\lambda^2 - B_i)^2}$$

$$n'(\lambda) = \frac{\sum_{i=1}^3 \frac{-2A_i B_i \lambda}{(\lambda^2 - B_i)^2}}{2 \cdot \sqrt{\sum_{i=1}^3 \frac{A_i \lambda^2}{\lambda^2 - B_i} + 1}} = \frac{G(\lambda)}{2n(\lambda)}$$

Gemäß Relation (2.38) wird der Gruppenbrechungsindex somit wie folgt ermittelt:

$$n_g^{\text{DE}}(\lambda) = n(\lambda) - \frac{G(\lambda)}{2n(\lambda)} \cdot \lambda$$

$$n_g^{\text{DE}}(\lambda) = \sqrt{\sum_{i=1}^3 \frac{A_i \lambda^2}{\lambda^2 - B_i} + 1} - \frac{\sum_{i=1}^3 \left(\frac{-2A_i B_i \lambda}{(\lambda^2 - B_i)^2} \right)}{2 \cdot \sqrt{\sum_{i=1}^3 \frac{A_i \lambda^2}{\lambda^2 - B_i} + 1}} \cdot \lambda$$

C.2. Ableitung des Brechungsindex für Spinell:

Sellmeierfunktion für Spinell:

$$n^2 - 1 = \sum_{i=1}^2 \frac{A_i \cdot \lambda^2}{\lambda^2 - B_i^2}$$

Umstellung nach $n(\lambda)$:

$$n(\lambda) = \sqrt{\sum_{i=1}^2 \frac{A_i \cdot \lambda^2}{\lambda^2 - B_i^2} + 1}$$

Durch Anwendung der Kettenregel $y = u(v(x)) \rightarrow y' = u'(v(x)) \cdot v'(x)$ ergeben sich folgende Teilfunktionen:

$$u(v(\lambda)) = \sqrt{v(\lambda)} = (v(\lambda))^{\frac{1}{2}}$$

$$u'(v(\lambda)) = \frac{1}{2} \cdot (v(\lambda))^{-\frac{1}{2}}$$

$$v(\lambda) = \sum_{i=1}^2 \frac{A_i \cdot \lambda^2}{\lambda^2 - B_i^2} + 1$$

$$v'(\lambda) = ?$$

Bei der Ableitung der inneren Funktion $v(\lambda)$ entfällt die Konstante (+1) raus. Der verbleibende Term wird weiterführend durch Anwendung der Quotientenregel $y = \frac{u}{v} \rightarrow y' = \frac{u'v - uv'}{v^2}$ abgeleitet. Dabei ergeben sich mit

$$\sum_{i=1}^2 \frac{A_i \cdot \lambda^2}{\lambda^2 - B_i^2} = \frac{g(\lambda)}{h(\lambda)}$$

folgende Teilfunktionen:

$$g(\lambda) = \sum_{i=1}^2 A_i \cdot \lambda^2$$

$$g'(\lambda) = \sum_{i=1}^2 2 \cdot A_i \cdot \lambda$$

$$h^2(\lambda) = \sum_{i=1}^2 (\lambda^2 - B_i^2)^2$$

$$h(\lambda) = \sum_{i=1}^2 \lambda^2 - B_i^2$$

$$h'(\lambda) = \sum_{i=1}^2 2 \cdot \lambda$$

Abgeleitet ergibt sich für die innere Funktion $v(\lambda)$ somit:

$$v'(\lambda) = \frac{g'(\lambda) \cdot h(\lambda) - g(\lambda) \cdot h'(\lambda)}{h^2(\lambda)}$$

$$v'(\lambda) = \sum_{i=1}^2 \left(\frac{2 \cdot A_i \lambda \cdot (\lambda^2 - B_i^2) - A_i \lambda^2 \cdot 2\lambda}{(\lambda^2 - B_i^2)^2} \right)$$

$$v'(\lambda) = \sum_{i=1}^2 \left(\frac{2 \cdot A_i \lambda \lambda^2 - 2A_i B_i^2 \lambda - 2A_i \lambda \lambda^2}{(\lambda^2 - B_i^2)^2} \right)$$

$$v'(\lambda) = \sum_{i=1}^2 \left(\frac{-2A_i B_i^2 \lambda}{(\lambda^2 - B_i^2)^2} \right) = G(\lambda)$$

Die Ableitung des Brechungsindex ergibt sich somit folgendermaßen:

$$n'(\lambda) = \frac{1}{2} (v(\lambda))^{-\frac{1}{2}} \cdot v'(\lambda)$$

$$n'(\lambda) = \frac{1}{2} \left(\sum_{i=1}^2 \frac{A_i \lambda^2}{\lambda^2 - B_i^2} + 1 \right)^{-\frac{1}{2}} \cdot \sum_{i=1}^2 \frac{-2A_i B_i^2 \lambda}{(\lambda^2 - B_i^2)^2}$$

$$n'(\lambda) = \frac{\sum_{i=1}^2 \frac{-2A_i B_i^2 \lambda}{(\lambda^2 - B_i^2)^2}}{2 \cdot \sqrt{\sum_{i=1}^2 \frac{A_i \lambda^2}{\lambda^2 - B_i^2} + 1}} = \frac{G(\lambda)}{2n(\lambda)}$$

Gemäß Relation (2.38) wird der Gruppenbrechungsindex somit wie folgt ermittelt:

$$n_g^{\text{PR}}(\lambda) = n(\lambda) - \frac{G(\lambda)}{2n(\lambda)} \cdot \lambda$$

$$n_g^{\text{PR}}(\lambda) = \sqrt{\sum_{i=1}^2 \frac{A_i \lambda^2}{\lambda^2 - B_i^2} + 1} - \frac{\sum_{i=1}^2 \frac{-2A_i B_i^2 \lambda}{(\lambda^2 - B_i^2)^2}}{2 \cdot \sqrt{\sum_{i=1}^2 \frac{A_i \lambda^2}{\lambda^2 - B_i^2} + 1}} \cdot \lambda$$

D. Kalibrierung des Messaufbaus

D.1. Korrektur der sphärischen und chromatischen Aberration

Räumliche Kalibrierung

Die sogenannte räumliche Kalibrierung erfolgte, indem eine Kalibrierprobe in den Objektarm des Mach-Zehnder-Interferometers eingebracht wurde. Hierbei wurde als Kalibrierprobe eine Skala von 5 mm mit 200 Teilen verwendet. Der Abstand zwischen zwei Skalenteile beträgt dabei 25 μm . Als Lichtquelle wurde für die räumliche Korrektur eine diodenlasergepumpte Weißlichtquelle verwendet, welche auch für die Untersuchung der Spinellproben eingesetzt wurde. Für die Aufnahme der Kalibrierdaten wurde der Referenzarm zunächst abgedeckt und die Kalibrierprobe in die Probenhalterung im Objektarm eingespannt. Die Skala der Kalibrierprobe ist dabei durch das abbildende Spektrometer als „räumliche“ horizontale Linien in der Spektrometeraufnahme erkennbar. Anschließend wurden die Positionen der Linsen f_1 und f_2 des Linsensystems LS (Abb. 3-11) so angepasst, dass diese räumlichen Linien scharf und mit annähernd gleicher Intensität abgebildet werden, wobei der Abstand zwischen der Linse f_1 und der Probe und der Abstand zwischen der Linse f_2 und dem Spalt des abbildenden Spektrometers (SIDhighres) jeweils etwa der Brennweite der jeweiligen Linse entsprechen muss. Das Ziel dabei ist es die genaue Probenposition für eine optimale Abbildung des zu untersuchenden Probenbereiches zu ermitteln. Dies ist besonders bei dünnen Proben sehr wichtig, um sicherzustellen, dass die Probe überhaupt im abbildenden Spektrometer abgebildet wird. Ist dies erfolgt, wird auf der Kalibrierprobe ein Bereich der Skala so ausgewählt, dass in dem mit dem abbildenden Spektrometer aufgenommenen „räumlichen“ Kalibrierbild die räumlichen Linien gleichmäßig über das gesamte Bild verteilt sind (Abb.D-1 a)).

Spektrale Kalibrierung

Neben der räumlichen Kalibrierung ist für die Korrektur der sphärischen und chromatischen Aberration auch die Aufnahme von spektralen Kalibrierdaten notwendig. Anders als bei der räumlichen Kalibrierung wurden hier beide Interferometerarme genutzt. Als Lichtquelle diente hierbei eine Halogen-Spektrallampe mit einem charakteristischem Spektrum (Abb. D-3). Mit Hilfe dieser Lichtquelle wurde ein Spektralbild aufgenommen, in dem die Peaks des Halogen-

Spektrallampenspektrums als vertikale Linien höherer Intensität erkennbar sind (Abb. D-1 **b**)). Aufgrund dessen, dass diese Spektrallinien bereits im SIDhighres-Spektrometer scharf abgebildet wurden, war hier keine weitere Justage des Linsensystems LS notwendig. Nach Aufnahme der Rohdaten wurden die Bilder (Abb. D-1 **a**), **b**)) mittels einer Bildbearbeitungssoftware zu einem Bild zusammengeführt, sodass ein Bild mit einem Gitter aus räumlichen und spektralen Linien entsteht (Abb. D-1 **c**)).

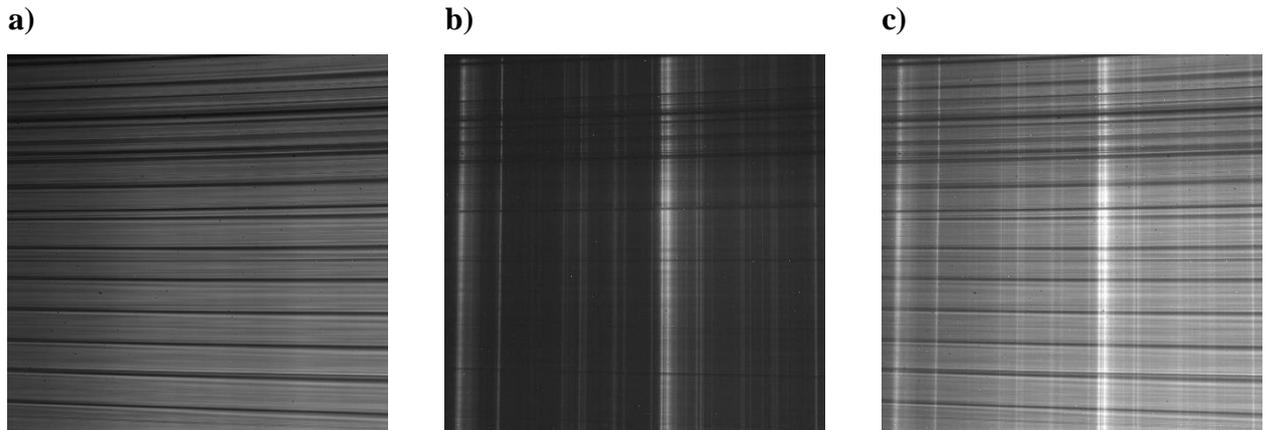


Abb. D-1: a) "räumliches" Kalibrierbild mit Skaleneinteilung in Form von horizontalen Linien; b) spektrales Kalibrierbild mit vertikalen Spektrallinien einer Halogen-Spektrallampe; c) Überlagerung des räumlichen und spektralen Kalibrierbildes

Für die Korrektur der sphärischen Aberration wird nach Taudt (Anhang A.1.3. „Calibration methods“ aus [4]) ein Gitter anhand der räumlichen und spektralen Linien aus Abbildung D-1 **c**) erzeugt. Zu diesem Zweck werden Spektrallinien hoher Intensität (Abb. D-2 **a**) „rot“) und räumliche Linien äquivalenten Abstands (Abb. D-2 **a**) „grün“) so ausgewählt, dass der gesamte Bildbereich abgedeckt ist (Abb. D-2 **a**)). Anhand dieses Gitters wird anschließend nach Taudt [4] kann die sphärische Aberration ermittelt und in Form einer Korrekturmatrix für spätere Nutzung abgespeichert werden. Das entsprechend korrigierte Kalibrierbild ist in Abbildung D-2 **b**)) dargestellt.

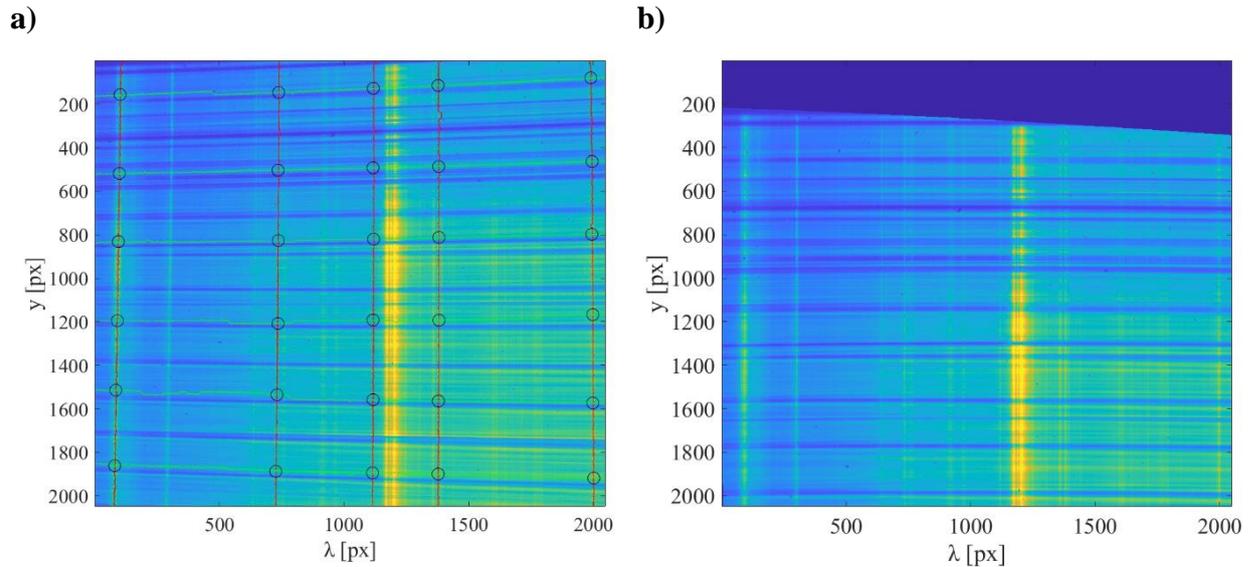


Abb. D-2: **a)** räumlich-spektrales Kalibrierbild (D-1 c) mit überlagerten Korrekturgitter mit markierten Spektrallinien (rot) und markierten räumlichen Linien (grün), **b)** korrigiertes Kalibrierbild für spektrale Kalibrierung

D.2. Wellenlängen zu Pixel Zuordnung

Wie in Abbildung D-2 erkennbar ist, gibt das abbildende Spektrometer (SIDhighres) eine Matrix aus, die einen Probenbereich y über der Wellenlänge in Pixeln zeigt. Jeder Bildpunkt zeigt somit die zeitgemittelte Intensität des einfallenden Lichtes an einem Punkt im Raum y für eine bestimmte Wellenlänge. Für die im folgenden Kapitel mit dem Messaufbau aus Abbildung 3-11 aufgenommenen Interferenzmuster bedeutet das, dass jede Zeile der Matrix einem Interferenzspektrum an einer Position y auf der untersuchten Probe entspricht. Um eine gut verständliche Auswertung dieser Interferenzspektren zu ermöglichen, muss die Einheit der Wellenlänge von Pixel zu Nanometer überführt werden. Zu diesem Zweck wurde das Spektrum der Halogen-Spektrallampe zunächst mit einem wellenlängenkalibrierten Standardspektrometer (Avantes AvaSpec ULS3648-USB2) aufgenommen und eine Wellenlängenbestimmung für zwölf ausgewählte Peaks des Intensitätsspektrums durchgeführt (Abb. D-3). Die zu den Peaks korrespondierenden Wellenlängen sind in Tabelle D-1 aufgeführt.

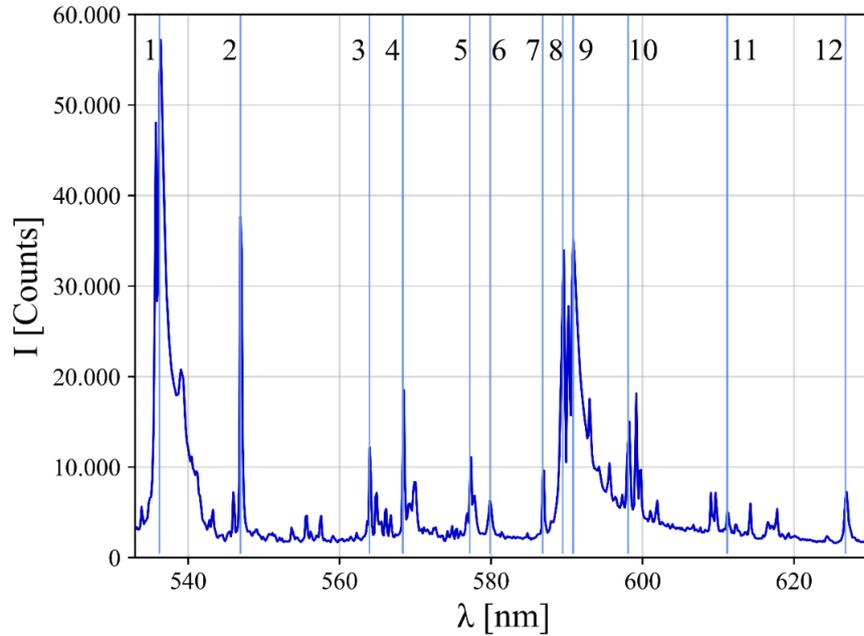


Abb. D-3: Intensitätsspektrum der Halogen-Spektrallampe mit markierten Peaks entsprechend Tabelle D-1

Tabelle D-1: Wellenlängenzuordnung zu Halogen-Spektrallampenspektrum für ausgewählte Peaks

Peaknummer	λ [nm]	Peaknummer	λ [nm]	Peaknummer	λ [nm]
1	536,22	5	577,20	9	590,84
2	546,91	6	579,84	10	598,10
3	563,97	7	586,82	11	611,18
4	568,33	8	589,45	12	326,79

Durch Vergleichen der Intensitäten und Positionen entlang der x-Achse der Spektrallinien aus Abbildung D-1 **b**) mit den Intensitäten und Positionen der Peaks aus Abbildung D-3 wurden die Spektrallinien den entsprechenden Peaks zugeordnet. Nach Taudt (Anhang A.1.3. „Calibration methods“ aus [4]) erfolgte anschließend mit Hilfe der Relation (D.1) die Zuordnung der aufgenommenen Pixelpositionen der Peaks λ_{px} zu den spektralen Wellenlängen λ_{kalk} (Abb. D-4).

$$\lambda_{kalk} = a + b\lambda_{px} + c\lambda_{px}^2 \quad (D.1)$$

Aus den Kalibrierrohdaten (Abb. D-1) ist weiterhin ersichtlich, dass die Spektrallinien im y-Raum nicht ganz gerade verlaufen, was auf eine chromatische Aberration hindeutet. Zur Korrektur dieser Aberration wird dementsprechend die Wellenlängen-zu-Pixel-Zuordnung nach Taudt mit (D.1) für jede Reihe entlang der y-Achse individuell durchgeführt, sodass eine Wellenlängenmatrix erzeugt wird, welche nachfolgend auf alle Messdaten angewandt wird.

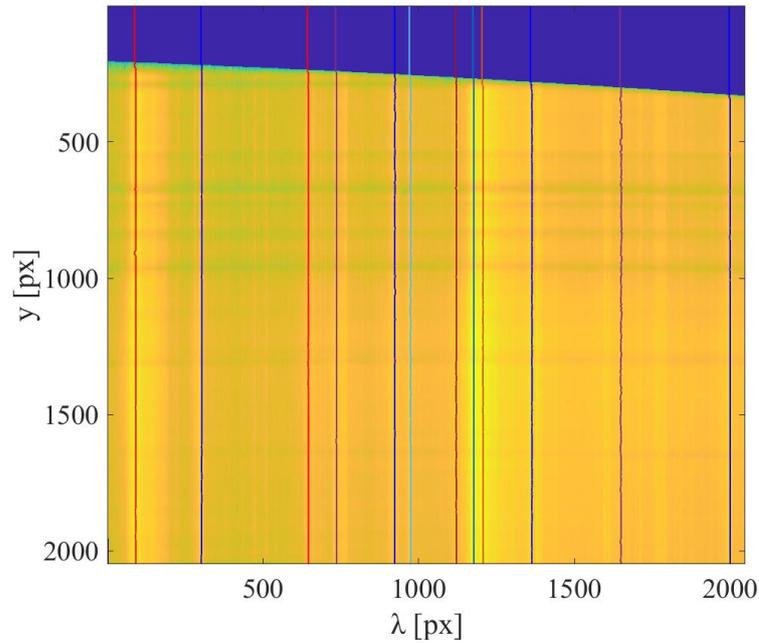


Abb. D-4: Korrigiertes spektrales Kalibrierbild mit markierten Spektrallinien für die Peak-Linien-Zuordnung als Basis für die Wellenlängenzuordnung in [nm]

Die zwölf ausgewählten Spektrallinien dienen dabei als Stützwellenlängen, anhand welcher über die Ermittlung der mittleren quadratischen Abweichung (MSE) die Parameter einer optimale Funktion nach (D.1) für die Wellenlängenzuordnung der Pixel zwischen den Spektrallinien ermittelt wird. Durch eine gezielte Auswahl der Stützwellenlängen über den gesamten Bildbereich verteilt war es somit möglich eine Wellenlängenmatrix mit einem RMSE von 0,59 nm zu erzeugen. Die entsprechende Approximationsfunktion ist in Abbildung D-5 dargestellt.

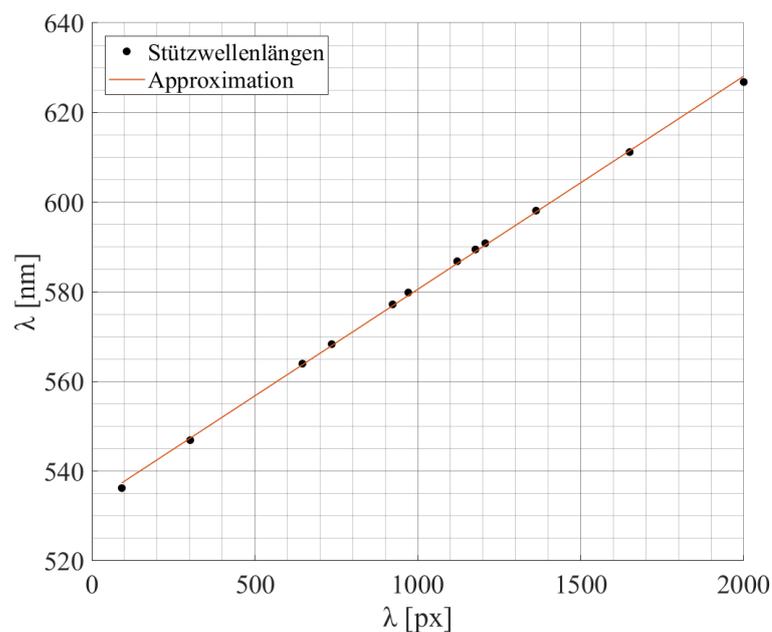


Abb. D-5: Approximationsfunktion und Stützwellenlängen zur Wellenlängen-Pixel Zuordnung

E. Spinell-Probenliste

Tabelle E-1: Liste der untersuchten Spinellproben des Fraunhofer IKTS mit relevanten Eigenschaften, wie Dicke, Dotierung, Sinter Temperatur und durch visuelle Betrachtung eingeschätzte Defektverteilung (Fremdphasen)

Nr.	Pulver	Dotierung	Dicke [mm]	z ref corr [μm]	T _{sinter} [°C]	Defektmenge	Defektgröße
1	S30CR	SrO	3,920	6180,1	1490	wenige	groß
2	S30CR	SrO	3,835	6225,5	1490	wenige	mittelgroß
3	S30CR	SrO	3,820	6175	1480	wenige	mittelgroß
4	AHPA-AF	-	3,860	6210,1	1550	mäßig	groß
5	AHPA-AF	SrO	3,910	6195	1500	viele	klein
6	AHPA-AF	SrO	3,900	6195	1480	viele	klein
7	TSP-20	SrO	3,820	6252,2	1590	mittel	mittelgroß
8	TSP-20	SrO	3,875	6195	1600	mittel	mittelgroß
9	TSP-20	-	3,785	6255,5		wenige	klein
10	TSP-20	-	3,820	6215,1	1520	wenige	mittelgroß
11	AHPA-AF	SrO	4,030	6154,6	1490		
12	S30CR	-	5,895	5429,4	1510	wenige	groß
13	S30CR	-	5,970	5409,2	1510	wenige	mittelgroß
14	AHPA	SrO	7,850	4694,1	1490	wenige	klein-groß
15	AHPA	SrO	10,570	3656,5	1510	wenige	klein-mittelgroß
16	S30CR	SrO	9,960	3898,4	1440	viele	mittelgroß
17	AHPA	SrO	3,890	6174,9	1520	wenige	mittelgroß
18	AHPA	SrO	3,890	6169,9	1520	wenige	groß
19	AHPA	SrO	3,890	6200,2	1520	wenige	mittelgroß
20	TSP-20	-	0,947	7338,2	1620	wenige	klein
21	TSP-20	-	0,380	7559,8	1620	wenige	mittelgroß
22	TSP-20	-	3,560	6315,8	1595	wenige	mittelgroß
23	AHPA	-	12,000	3097,2	1520+ 1550+ 1560	viele	groß
24	AHPA	-	13,930	2402,6	1550+ 1560	mäßig	groß

F. Inhalt der CD

Die der Arbeit beigelegte CD enthält eine Digitalversion der Masterarbeit, die Python- und MATLAB-Skripte, die für die Auswertung verwendet wurden, die Messdaten und die Ergebnisse der Brechungs- und Gruppenbrechungsbestimmung.

Inhaltsübersicht:

Datensätze

1. Ergebnisse
 - a. Ermittelte Brechungsindexe als npy-Dateien
 - b. Ermittelte Gruppenbrechungsindexe mit lokalen Wellenlängen als npy-Dateien
2. Kalibrierdaten
 - a. Kalibrierbilder
3. Messdaten - sortiert nach Probe
 - a. Korrigierte Messdaten
 - b. Über 10 Bilder gemittelte Interferenzmessungen
 - c. Referenzbilder zu den Interferenzmessungen

Skripte

1. Korrektur der Messdaten
 - a. Wellenlängen zu Pixel Zuordnung
 - b. Delta N-BK7 Bestimmung
 - c. Korrekturmatrix für sphärische und chromatische Aberration
 - d. Messwertkorrektur
 - e. Mittelung der Interferenzmessbilder über 10 Bilder
2. Messdatenauswertung

a. Histogramme N-BK7	e. $\bar{n}(\lambda)$ Spinell undotiert
b. $n_g(\lambda)$ -Spinell dotiert	f. WPDE mit Messdaten N-BK7
c. $n_g(\lambda)$ -Spinell undotiert	g. WPDE mit Messdaten Spinell
d. $\bar{n}(\lambda)$ Spinell dotiert	
3. Simulation
 - a. Simulation von $I(\lambda)$ mit $n_g(\lambda)$ und $n(\lambda)$ Berechnung
 - b. Simulation von 1000 $I(\lambda)$ in einer Matrix

Eigenständigkeitserklärung

Hiermit erkläre ich, dass ich die vorliegende Arbeit selbst und ohne fremde Hilfe verfasst habe. Alle verwendeten Quellen aus publizierten oder nicht publizierten Arbeiten sind im Quellenverzeichnis angegeben. Alle Stellen, die aus fremden Arbeiten übernommen wurden, sind als diese gekennzeichnet.

Die vorliegende Arbeit wurde bisher nicht zur Benotung eingereicht, weder an der Westsächsischen Hochschule Zwickau noch an einer anderen wissenschaftlichen Universität oder Hochschule.

Ort, Datum Unterschrift

Declaration of Originality

I hereby declare that the present thesis and the work reported herein was composed by and originated entirely from me without any help. All sources used from published or unpublished work of others are reported in the list of references. All parts of my work that are based on others' work are cited as such.

This paper has so far not been submitted for any degree or other purposes, neither at the Westsächsische Hochschule Zwickau nor at any other university or college.

Place, Date Signature