

Mechanische Verlustmessungen an Materialien für die
Präzisionsmesstechnik

Dissertation

zur Erlangung des akademischen Grades
Doktor-Ingenieur (Dr.-Ing.)

vorgelegt dem Rat der Physikalisch-Astronomischen-Fakultät
der Friedrich-Schiller-Universität Jena

von Dipl.-Phys. Christian Schwarz
geboren am 22.06.1982 in Schleiz

Gutachter

- 1. Prof. Dr. rer. nat. habil. Paul Seidel (FSU Jena)**
- 2. Prof. Dr. rer. nat. habil. Joachim Albrecht (HS Aalen)**
- 3. Prof. Dr. rer. nat. habil. Michael Siegel (KIT Karlsruhe)**

Tag der Disputation: 13. September 2012

Inhaltsverzeichnis

| | |
|--|-----------|
| Einleitung | 3 |
| 1 Präzisionsmesstechnik und thermisches Rauschen | 5 |
| 1.1 Ausgewählte Anwendungen für verlustarme Materialien | 5 |
| 1.1.1 Gravitationswellendetektoren | 5 |
| 1.1.2 Rasterkraftmikroskopie mit Cantilevern | 10 |
| 1.1.3 Laserstabilisierung durch kryogene Resonatoren | 12 |
| 1.2 Thermisches Rauschen und Fluktuations-Dissipations-Theorem | 14 |
| 1.3 Ansätze zur Rauschreduzierung | 14 |
| 2 Der mechanische Verlust | 17 |
| 2.1 Vom standard-anelastischen Festkörper zum mechanischen Verlust | 17 |
| 2.1.1 Die quasistatische Betrachtung von Festkörpern | 17 |
| 2.1.2 Die dynamische Beanspruchung von Festkörpern | 18 |
| 2.2 Definition des mechanischen Verlustes | 19 |
| 2.3 Verluste zusammengesetzter Systeme | 19 |
| 2.4 Die mechanische Resonanz | 21 |
| 2.4.1 Experimentelle Methoden zur Bestimmung mechanischer Verluste | 21 |
| 2.4.2 Biege- und Torsionsschwingungen von Cantilevern | 27 |
| 2.4.3 Schwingungen zylindrischer Substrate | 29 |
| 3 Mechanische Verlustprozesse in Festkörpern | 30 |
| 3.1 Intrinsische Verlustprozesse | 30 |
| 3.1.1 Thermoelastische Dämpfung | 30 |
| 3.1.2 Phonon-Phonon-Wechselwirkung | 32 |
| 3.1.3 Phonon-Elektron-Wechselwirkung | 33 |
| 3.1.4 Thermisch aktivierte Verlustprozesse | 34 |
| 3.2 Extrinsische Verlustprozesse | 35 |
| 3.2.1 Oberflächenverluste | 35 |
| 3.2.2 Substrataufhängung | 36 |

| | | |
|----------|--|------------|
| 3.2.3 | Druckdämpfung und Dämpfung im elektrischen Feld | 38 |
| 4 | Verlustmessungen an Bulkmaterialien | 40 |
| 4.1 | Materialauswahl und Probenpräparation | 40 |
| 4.2 | Der experimentelle Aufbau | 41 |
| 4.2.1 | Die Substrataufhängung | 41 |
| 4.2.2 | Der Kryostat | 46 |
| 4.3 | Untersuchungen an Bulkmaterialien | 48 |
| 4.3.1 | Hochreines Silizium | 48 |
| 4.3.2 | Silizium mit hoher Sauerstoffkonzentration | 50 |
| 4.3.3 | Saphir | 55 |
| 4.3.4 | Calciumfluorid | 58 |
| 4.3.5 | Mechanische Verluste durch verunreinigte Substratoberflächen . . . | 60 |
| 4.3.6 | Vergleich der mechanischen Verluste unterschiedlicher Materialien . | 62 |
| 5 | Verlustmessungen an Cantilevern zur Charakterisierung dünner Schichten | 64 |
| 5.1 | Der experimentelle Aufbau | 65 |
| 5.1.1 | Die Cantileverklemmung und deren Optimierung | 65 |
| 5.1.2 | Der Kryostat | 68 |
| 5.2 | Unbeschichtete Cantilever aus Silizium - Oberflächenverluste | 69 |
| 5.3 | Thermische Siliziumoxide - SiO_2 | 76 |
| 5.4 | Tantalpentoxid - Ta_2O_5 | 84 |
| 5.4.1 | Einfluss thermischer Nachbehandlung auf mechanische Schichtverluste | 84 |
| 5.4.2 | Ionenimplantation in Tantalpentoxid | 86 |
| 6 | Abschätzung des thermischen Rauschens für ausgewählte Anwendungen | 91 |
| 6.1 | Spiegelmaterialien für interferometrische Gravitationswellendetektoren . . . | 91 |
| 6.1.1 | Berechnung der Rauschbeiträge reiner Bulkmaterialien | 91 |
| 6.1.2 | Berechnung des Rauschbudgets eines Spiegelsubstrats mit Beschichtung | 94 |
| 6.2 | Cantilever für mikroskopische Anwendungen | 95 |
| 6.3 | Spacermaterialien für kryogene Resonatoren zur Laserstabilisierung | 96 |
| | Zusammenfassung und Ausblick | 98 |
| | Literaturverzeichnis | 101 |
| | Danksagung | 114 |

Einleitung

Thermisches Rauschen stellt ein fundamentales Limit in der Empfindlichkeit komplexer Messsysteme dar. Die steigenden Anforderungen moderner wissenschaftlicher und technischer Anwendungen verlangen eine stetige Verbesserung der Empfindlichkeit. Deshalb ist ein fundamentales Verständnis der Ursachen des thermischen Rauschens in komplexen Anwendungen notwendig. Dabei zeigt sich, dass nicht nur die thermische Energie (und damit die Temperatur) sondern auch Materialparameter eine entscheidende Rolle spielen. So führen beispielsweise Fluktuationen elektronischer Größen wie der Spannung oder des Stroms in Verstärkern zu einer minimal erreichbaren Auflösung. Doch neben der Temperatur, die durch thermische Fluktuationen der Ladungsträger für das Rauschen verantwortlich ist, spielt die Größe des ohmschen Widerstands für das Nyquistauschen eine entscheidende Rolle. Dabei stellt der ohmsche Widerstand den erwähnten Materialparameter der einzelnen Bauelemente dar.

Neben elektronischen Anwendungen findet die hochgenaue Positionsbestimmung zahlreiche Anwendungen. Hierbei sind durch thermisches Rauschen verursachte Ortsfluktuationen ein prinzipielles Limit. Beispiele hierfür sind Gravitationswellendetektoren für den direkten Nachweis von Gravitationswellen [1], Referenzresonatoren für die Laserstabilisierung [2] sowie hochempfindliche Sensoren für die Oberflächenanalyse (Rasterkraftmikroskopie). Diese Beispiele decken ein breites Spektrum wissenschaftlich technischer Anwendungen von der Astrophysik über moderne optische Spektroskopie bis hin zur Oberflächenanalytik der Festkörperphysik ab. Dabei wird bereits eine nur schwer vorstellbare Präzision erreicht. Längenmessungen sind heutzutage bis in den Sub-Protonendurchmesserbereich möglich. Metrologische Laser erreichen bei einer Emissionsfrequenz im Terrahertzbereich bereits Frequenzstabilitäten von deutlich unter einem Hertz. AFM-Sensoren sind in der Lage mit atomarer Auflösung Kräfte (10^{-9} bis 10^{-12} N [3]) und Kraftgradienten zu bestimmen. Allein das Ausreizen der bekannten technischen und wissenschaftlichen Möglichkeiten erlaubt solch eine Auflösung.

In Analogie zu elektronischen Systemen wird in dieser Arbeit aufgezeigt, dass der mechanische Verlust beteiligter optomechanischer Komponenten (z.B. Spiegel, Strahlteiler, Resonatoren) das thermische Rauschen maßgeblich bestimmt. Dieser Parameter wurde bisher nur unzureichend untersucht. Ein tiefgreifenderes Verständnis und die daraus ge-

wonnene Möglichkeit der Reduktion der Verlustprozesse in Festkörpern führt unmittelbar zu einer Steigerung der Empfindlichkeit vorhandener Apparaturen sowie dem Zugang zu neuen Untersuchungsmöglichkeiten auf vielen Gebieten der modernen Forschung.

Ziel dieser Arbeit ist es deshalb, im Rahmen umfangreicher Experimente den mechanischen Verlust für optomechanische Systeme relevanter Materialien zu untersuchen. Neben optischen Beschichtungen (die die optische Funktion des betreffenden Elementes tragen) spielen auch die Eigenschaften der sogenannten Bulkmaterialien eine wichtige Rolle. In verschiedenen Anwendungen werden dabei Materialien wie Fused Silica, Silizium, Saphir und Calciumfluorid diskutiert bzw. bereits verwandt. Es ist bekannt [4], dass unterschiedliche Herstellungsverfahren den mechanischen Verlust entscheidend beeinflussen. Das hierdurch für die Charakterisierung des mechanischen Verlustes im Rahmen dieser Arbeit aufgespannte Parameterfeld wird zusätzlich durch den freien Parameter Temperatur maßgeblich erweitert. Zur Durchführung der hier gezeigten Untersuchungen des mechanischen Verlustes dieser Materialien ist es deshalb unerlässlich, hochempfindliche Messsysteme für die kryogene mechanische Spektroskopie zu entwickeln, zu charakterisieren und an ihre technischen und physikalischen Grenzen zu bringen.

Das erste Kapitel gibt einen Überblick über ausgewählte Anwendungen, in denen Materialien mit niedrigem mechanischen Verlust eingesetzt werden. Der Zusammenhang zwischen thermischem Rauschen und mechanischem Verlust wird erläutert und das Konzept der Materialcharakterisierung bei tiefen Temperaturen motiviert. Kapitel 2 umfasst die physikalischen Hintergründe des mechanischen Verlustes und zeigt Messverfahren auf, um diesen experimentell zu bestimmen. Mögliche mechanische Dämpfungsmechanismen in Festkörpern sind in Kapitel 3 zusammengefasst. Der Einfluss der Temperatur auf diese Mechanismen wird diskutiert. Die systematischen Untersuchungen an Bulk- sowie Beschichtungsmaterialien sind in Kapitel 4 bzw. 5 dargestellt. In Kapitel 6 werden die erhaltenen Resultate für eine Abschätzung des thermischen Rauschens der in Kapitel 1 aufgeführten Anwendungen herangezogen und der mögliche Empfindlichkeitsgewinn aufgezeigt. Die Arbeit schließt mit einer Zusammenfassung und einem Ausblick.

Die vorliegende Arbeit wurde im Rahmen des Sonderforschungsbereiches Transregio 7 „Gravitationswellenastronomie“ angefertigt.

1 Präzisionsmesstechnik und thermisches Rauschen

Im folgenden Kapitel soll auf grundlegende Aspekte von Anwendungen für Materialien mit niedrigen mechanischen Verlusten eingegangen werden. Nach kurzen Ausführungen zu den jeweiligen Messprinzipien wird im Detail darauf eingegangen, welche für diese Arbeit relevanten Mechanismen die Auflösung begrenzen.

1.1 Ausgewählte Anwendungen für verlustarme Materialien

1.1.1 Gravitationswellendetektoren

Erfährt eine Massenverteilung eine asymmetrische Beschleunigung, wodurch sich ihr Quadrupolmoment¹ Q_{ml} ändert, so kommt es zur Emission von Gravitationswellen. Die sich mit Lichtgeschwindigkeit fortpflanzenden Wellen äußern sich hierbei als Störung der Raumzeit. Aufgrund ihrer schwachen Wechselwirkung mit Materie, breiten sie sich über große Distanzen und Zeiträume aus. Angegeben wird die Stärke h einer Gravitationswelle aus dem Verhältnis einer durch sie verursachten relativen Längenänderung ΔL zu einer gegebenen Länge L wie folgt:

$$h = \frac{\Delta L}{L} \quad . \quad (1.1)$$

Die Stärke h_m einer (gemäß Abb. 1.1) '+'- oder 'x'-polarisierten und senkrecht einfallenden Gravitationswelle ergibt sich nach Saulson [5] zu:

$$h_m = \frac{2G}{Rc^4} \ddot{Q}_{ml} \quad . \quad (1.2)$$

G entspricht der Gravitationskonstanten, R dem Abstand zwischen Quelle und Beobachter und c der Vakuumlichtgeschwindigkeit. Eine Abschätzung des Vorfaktors aus Gl. (1.2)

¹Das Quadrupolmoment ändert sich u.a. in Abhängigkeit der Polarisation der Gravitationswelle.

zeigt, dass nur astronomische Ereignisse, wie die Explosion von Sternen oder die Kollision äußerst massereicher Objekte, wie schwarze Löcher, ein ausreichend großes und damit detektierbares Signal erzeugen. Für die wahrscheinlichsten kosmischen Ereignisse liegen die zu erwartenden Stärken h trotzdem nur im Bereich von $h \approx 10^{-21}$, was deren Detektion erheblich erschwert [6]. Zur Detektion von Gravitationswellen werden im Großen und Ganzen zwei Ansätze verfolgt, wobei eines der beiden Verfahren zusehends an Bedeutung für den direkten Gravitationswellennachweis verliert.

Erste Versuche zur Detektion von Gravitationswellen wurden von Weber [7] durchgeführt. Er nutzte einen speziell aufgehängten Zylinder aus Aluminium (engl. 'resonant bar'), welcher durch eine einfallende Gravitationswelle in Schwingungen versetzt werden sollte. Mit einem speziellen Detektionssystem sollten diese Schwingungen dann ausgelesen werden. Bedingt durch den Aufbau und vor allem den Betrieb des Detektors bei Raumtemperatur reichte die Empfindlichkeit nicht aus, um Gravitationswellen direkt zu messen. Folgende 'resonant bar'-Detektoren wurden und werden bei kryogenen Temperaturen betrieben, um das thermische Rauschen der Metallzylinder zu senken. In den letzten Jahren konnte die Empfindlichkeit von Detektoren wie AURIGA [8], EXPLORER, NAUTILUS [9], ALLEGRO [10] und MINIGRAIL [11] zwar auf etwa $10^{-21} / \sqrt{Hz}$ verbessert werden, ihre Detektionsbandbreite beträgt aber nur wenige hundert Hertz, da diese nur in der Nähe der Eigenfrequenzen der Testmassen empfindlich sind.

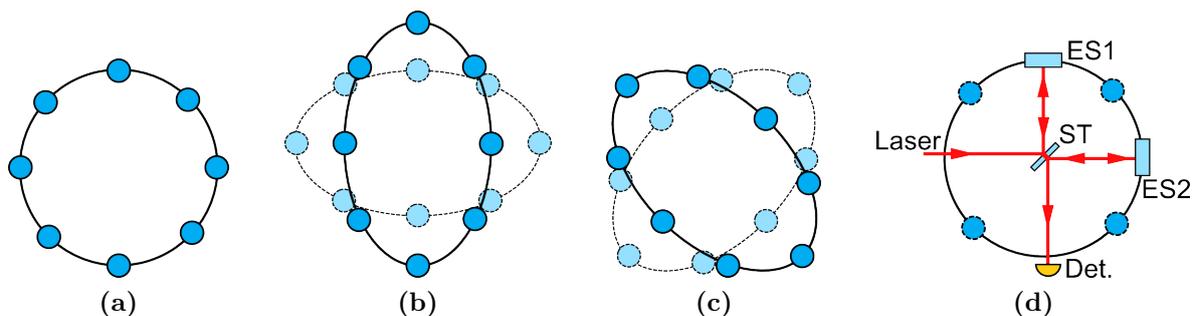


Abb. 1.1: Auswirkung einer senkrecht zur Papierebene einfallenden Gravitationswelle auf einen Ring frei fallender Testmassen. (a) - Ring aus freifallenden Testmassen ohne die Einwirkung einer Gravitationswelle, (b) - Stauchung bzw. Streckung des Rings bei Einfall einer Gravitationswelle mit '+'-Polarisation, (c) - Verschiebung der Testmassen bei Wechselwirkung mit einer 'x'-polarisierten Gravitationswelle, (d) - interferometrisches Messprinzip (ST - Strahlteiler, Det - Detektor) zur Detektion von Gravitationswellen durch Ersetzen zweier, der in (a) dargestellten Testmassen durch die Endspiegel (ES1 und ES2) eines Interferometers.

Eine weitere Methode zur Detektion von Gravitationswellen lässt sich aus Abb. 1.1 ableiten. Betrachtet man einen kreisförmigen Ring frei fallender Testmassen (in (a) blau dargestellt), so führt eine senkrecht zur Kreisebene einfallende Gravitationswelle zu den

in (b) und (c) dargestellten Deformationen in der Form von Ellipsen². Der Kreis erfährt also eine Stauchung bzw. Streckung entlang zweier senkrecht zueinander stehender Achsen³. Substituiert man wie in (d) angedeutet zwei Testmassen durch die Endspiegel (ES1 und ES2) eines Interferometers, so bewirkt die Deformation des Kreises eine Wegänderung ΔL der Ausgangslänge L in den Interferometerarmen⁴. Die am Strahlteiler (ST) stattfindende Interferenz beider Strahlen führt abhängig von deren Phasenbeziehung zu einer Intensitätsänderung am Detektor (Det.). In einem Interferometer mit einer Armlänge von einem Meter würde eine Gravitationswelle der Stärke $h \approx 10^{-21}$ nach Gl. (1.1) eine Längenänderung von 10^{-21} m bewirken. Selbst eine Verlängerung der Interferometerarme auf einen Kilometer reduziert die aufzulösende Wegstrecke nur auf 10^{-18} m, also immer noch kleiner als das 1/1000 eines Protonendurchmessers.

Weltweit existieren mehrere interferometrische Gravitationswellendetektoren der sogenannten ersten und mittlerweile zweiten Generation, die mit Armlängen zwischen mehreren hundert Metern bis einigen Kilometern ausgestattet sind. Die USA betreiben zwei 4 km lange Interferometer mit dem Namen *LIGO* [12]. Italien und Frankreich arbeiten an einem 3 km Detektor namens *Virgo* [13] zusammen. Deutschland/ Großbritannien (*GEO600*) [14] und Japan (*CLIO*) [15] betreiben Detektoren mit jeweils 600 bzw. 300 m Armlänge. Im Moment befinden sich diese in der Umbauphase zur zweiten Generation, bei der hauptsächlich Veränderungen an den verwendeten Lasersystemen bzw. Spiegelsubstraten und Aufhängungen [16] vorgenommen werden.

Abb. 1.2 zeigt den typischen, frequenzabhängigen Verlauf der Rauschamplitude eines interferometrischen Gravitationswellendetektors der zweiten Generation. Bei den tiefsten dargestellten Frequenzen begrenzt das seismische Rauschen (**rot**) die Detektorauflösung, welches aber mit zunehmender Frequenz vom thermischen Rauschen der Aufhängung (**grün**) und schließlich vom Quantenrauschen (**blau**) abgelöst wird. Das sogenannte Quantenrauschen unterteilt sich in Strahlungsdruckrauschen (bei niedrigen Frequenzen) und Photonenschrottrauschen (hin zu höheren Frequenzen). Beide Rauscharten skalieren mit der im Interferometer umlaufenden Laserleistung, wobei das Strahlungsdruckrauschen mit steigender Laserleistung zu- und das Photonenschrottrauschen abnimmt. Knapp unter 100 Hz begrenzt ein Rauschbeitrag die Empfindlichkeitskurve, der durch festkörperphysikalische Eigenschaften aller transmittiven⁵ und reflektiven⁶ Optiken zustande kommt. Dieser Rauschbeitrag wird wie im Falle der Aufhängung als thermisches Rauschen (**pink**)

²Die Ausrichtung der Ellipsenhauptachsen hängt von der Polarisation der Gravitationswelle ab.

³Die Achsen liegen bei senkrechtem Einfall der Gravitationswelle genau in der Kreisebene.

⁴Als Interferometerarm wird die Weglänge bezeichnet, die in diesem vereinfachten Modell von Strahlteiler und Endspiegel begrenzt wird.

⁵Zu den transmittiven Optiken zählen unter andern Strahlteiler, Cavity-Koppler usw..

⁶Hierzu zählen alle Optiken mit aufgebrachtene dielektrischen Schichten.

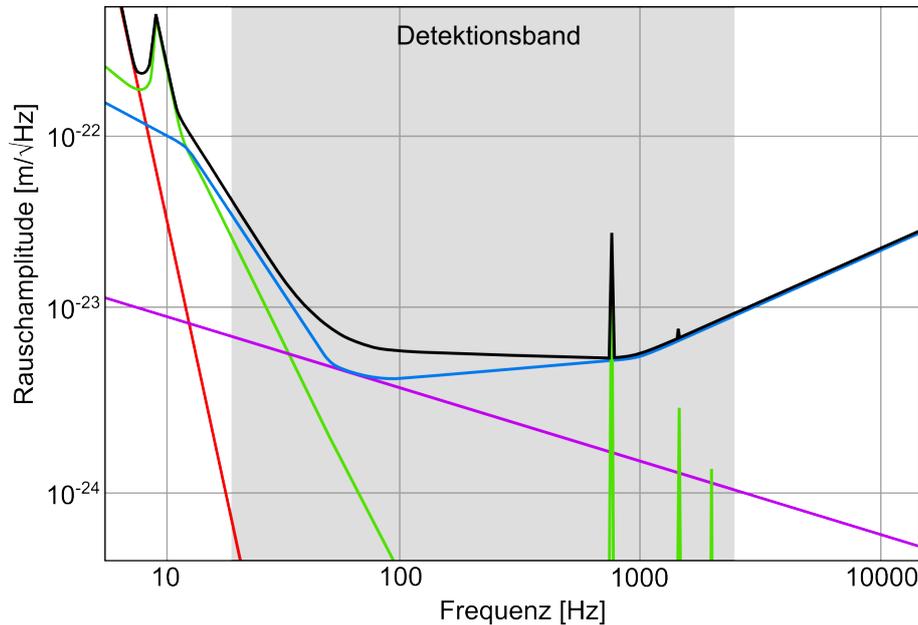


Abb. 1.2: Schematische Darstellung der frequenzabhängigen Rauschbeiträge in einem interferometrischen Gravitationswellendetektor der zweiten Generation (rot - seismisches Rauschen, grün - thermisches Rauschen der Aufhängungskomponenten, blau - Quantenrauschen, pink - thermisches Substratrauschen). Die einzeln farbig dargestellten Rauschquellen ergeben aufsummiert (schwarze Linie) die minimal erreichbare Rauschamplitude. Der Bereich größter Empfindlichkeit wird als Detektionsband bezeichnet und befindet sich im dargestellten Beispiel zwischen einigen 10 Hz bis einigen Kilohertz.

bezeichnet und liegt genau im Detektionsband des Detektors, welches sich beginnend bei einigen zehn Hertz bis zu einigen Kilohertz erstreckt.

Thermisches Rauschen stellt ein fundamentales Limit für die maximal erreichbare Empfindlichkeit dar. Getrieben von der thermischen Energie ($\frac{1}{2}k_B T$ pro Bewegungsfreiheitsgrad) bewegen sich die Bestandteile aller Materie auf atomarem Level. Dies wiederum führt zu einer unerwünschten Längenänderung in den Interferometerarmen. Bezüglich der Hauptbeiträge des thermischen Rauschens unterteilt man in den sogenannten Brownschen und thermoelastischen Anteil. Bei ersterem führen thermisch bedingte Ortsfluktuationen von Atomen zu statistischen Bewegungen z.B. der Oberflächenatome der Detektorspiegel. Die zweite Rauschart wird thermoelastisches Rauschen genannt. Ihr liegt zugrunde, dass statistisch verteilte Temperaturfluktuationen in Kombination mit dem linearen thermischen Ausdehnungskoeffizienten zu Ortsfluktuationen führen. Beide Arten zeigen aber nicht nur an den optischen Komponenten (inklusive ihrer optischen Beschichtungen) ihre Wirkung, sondern wie bereits erwähnt auch an deren Aufhängung. Auf diese Art und Weise limitieren sie besonders den niederfrequenten Bereich der in Abb. 1.2 dargestellten Rauschkurve.

Eine weitere thermisch getriebene Rauschart ist das thermorefraktive Rauschen. Wie auch beim thermoelastischen Rauschen sind lokale Temperaturschwankungen die Ursache, die

in Verbindung mit dem temperaturabhängigen Brechungsindex n eine Phasenänderung des Lichtes, besonders bei der Transmission durch einen Strahlteiler bewirken.

Die Berechnung der spektralen Rauschleistungsdichte S_x^{bulk} des Brownschen Substratrauschens wird bestimmt, indem eine virtuelle Kraft F_0 mit einer gegebenen radialen Verteilung⁷ eine virtuelle Deformation erzeugt. Aus der damit verbundenen Deformationsenergie U_{max} , k_B der Boltzmannkonstante, T der absoluten Temperatur, f der Frequenz, σ der Poissonzahl, Y_{bulk} dem Elastizitätsmodul und ϕ_{bulk} dem sogenannten mechanischen Verlust des Substratmaterials, lässt sich mit Hilfe nachfolgender Gleichung:

$$S_x^{bulk}(f, T) = \frac{4k_B T U_{max}}{\pi f F_0^2} \phi_{bulk} \quad (1.3)$$

eine Abschätzung [17] treffen. Die Ermittlung von U_{max} erfolgt i.a. mit Hilfe von Finite-Element-Methoden. Alternativ kann unter der Annahme, dass der Strahldurchmesser des Lasers (mit Strahlradius r_0) hinreichend klein gegen den Durchmesser des Substrats ist, die spektrale Rauschleistungsdichte $S_x^{bulk}(f, T)$ ebenfalls wie folgt bestimmt werden [18]:

$$S_x^{bulk}(f, T) = \frac{2k_B T (1 - \sigma^2)}{\pi^{3/2} f r_0 Y_{bulk}} \phi_{bulk}(f) \quad . \quad (1.4)$$

Für die Abschätzung des thermoelastischen Beitrags ergibt sich nach [19]:

$$S_{TE}^{bulk}(f, T) = \frac{4}{\sqrt{\pi}} \alpha^2 (1 + \sigma^2) \frac{k_B T^2 r_0}{\kappa} J[\Omega] \quad , \quad (1.5)$$

wobei $J[\Omega]$ folgender Gleichung entspricht:

$$J[\Omega] = \sqrt{\frac{2}{\pi^3}} \int_0^\infty du \int_{+\infty}^{-\infty} dv \frac{u^3 e^{-u^2/2}}{(u^2 + v^2)[(u^2 + v^2)^2 + \Omega^2]} \quad . \quad (1.6)$$

Ω ist ω/ω_c und hängt sowohl von der Frequenz wie auch thermischen Parametern der Probe ab.

Die Berechnung des Brownschen Rauschens für die hochreflektiven Beschichtungen erfolgt auf nahezu gleiche Weise wie in Gl. (1.4). Eine Besonderheit bezüglich des anzunehmenden Verlustes ist aber zu beachten. Anstatt des reinen Verlustes des dielektrischen Beschichtungsmaterials, wird nach Harry [20] ein effektiver Verlust bestimmt:

$$\phi_{eff} = \frac{d}{\sqrt{\pi} r_0} \frac{(Y_{coat}^2 (1 + \sigma_{bulk})^2 (1 - \sigma_{bulk})^2 + Y_{bulk}^2 (1 + \sigma_{coat})^2 (1 - \sigma_{coat})^2)}{Y_{bulk} Y_{coat} (1 - \sigma_{bulk}^2) (1 - \sigma_{coat}^2)} \phi_{coat} \quad (1.7)$$

⁷Die Verteilungsfunktion hängt vom Strahlprofil des verwendeten Lasers ab und ist bei den aktuell betriebenen Detektoren gaußförmig.

und dieser für die finale Berechnung herangezogen. Vereinfachend wurde hier angenommen, dass die in [20] vorausgesetzte Differenz⁸ $\phi_{\perp} - \phi_{\parallel} = 0$ ergibt. Für den Brownschen Rauschbeitrag dielektrischer Schichtstapel sind nach Gl. (1.7) nicht nur die Eigenschaften des Beschichtungsmaterials, sondern auch die Eigenschaften des Substrats, auf dem sie abgeschieden wurden, ausschlaggebend.

Die Gleichungen (1.4), (1.5) und (1.7) lassen erkennen, dass das thermische Rauschen maßgeblich durch die Temperatur des Körpers und seine mechanischen Eigenschaften wie den Elastizitätsmodul Y , den thermischen Ausdehnungskoeffizienten α und den mechanischen Verlust ϕ beeinflusst werden. Letzterer bietet neben der Temperatur die effektivste Möglichkeit der Empfindlichkeitssteigerung, da dieser über mehrere Größenordnungen variieren kann. Seine genaue Herkunft ist bisher aber nur unzureichend bekannt und bedarf damit weiterer systematischer Untersuchungen.

1.1.2 Rasterkraftmikroskopie mit Cantilevern

Die Rasterkraftmikroskopie⁹ hat sich zu einem verbreiteten Werkzeug für die mechanische Abtastung von Oberflächen entwickelt. Hierbei wird davon Gebrauch gemacht, dass bei hinreichender Annäherung der Sonde an die zu untersuchende Oberfläche Kräfte auf atomarem Level eine Anziehung bewirken. Die Abstände zwischen Sonde und Oberfläche reichen je nach Betriebsmodus vom Kontakt zwischen beiden bis hin zu einigen Nanometern. Realisiert wird diese Empfindlichkeit bezüglich der Auflösung atomarer Kräfte mit Hilfe sogenannter Cantilever aus Silizium oder Siliziumnitrid, an deren einem Ende sich eine wenige zehn Mikrometer lange Spitze mit einem Krümmungsradius von ca. 10 nm befindet. Den Cantilever selbst kann man sich als einseitig befestigte Blattfeder vorstellen, deren Länge und Breite nur wenige hundert bzw. zehn Mikrometer beträgt (siehe Abb. 1.3 (a)). Abhängig davon, ob auf den Cantilever eine Kraft wirkt oder nicht, kann z.B. optisch¹⁰ oder kapazitiv eine Auslenkung registriert werden (siehe Abb. 1.3 (b)).

Zum Vermessen der Oberflächentopologie stehen im Allgemeinen drei Modi zur Verfügung. Im einfachsten Fall, dem sogenannten „*Kontakt-Modus*“, befindet sich die Messspitze im permanenten Kontakt mit der zu untersuchenden Probenoberfläche. Im „*Nicht-Kontakt-Modus*“ schwingt das freie Ende des Cantilevers mit einer Resonanzfrequenz¹¹ ω_0 . Wirkt bei entsprechender Annäherung an die Probenoberfläche eine zusätzliche Kraft auf die Probenspitze, so ändert sich deren Schwingungsfrequenz. Die Frequenzverschiebung ist

⁸ ϕ_{\perp} entspricht dem mechanischen Verlust eines Beschichtungsmaterials für eine Verformung der Probe orthogonal zur Oberfläche der Beschichtung und ϕ_{\parallel} parallel dazu.

⁹Im Englischen auch als „*atomic force microscopy*“ bezeichnet, kurz AFM.

¹⁰Die optische Detektion erfolgt durch einen von der Rückseite des Cantilevers reflektierten, fokussierten Strahls auf eine positionssensitive Fotodiode.

¹¹siehe Abschnitt 2.4.2

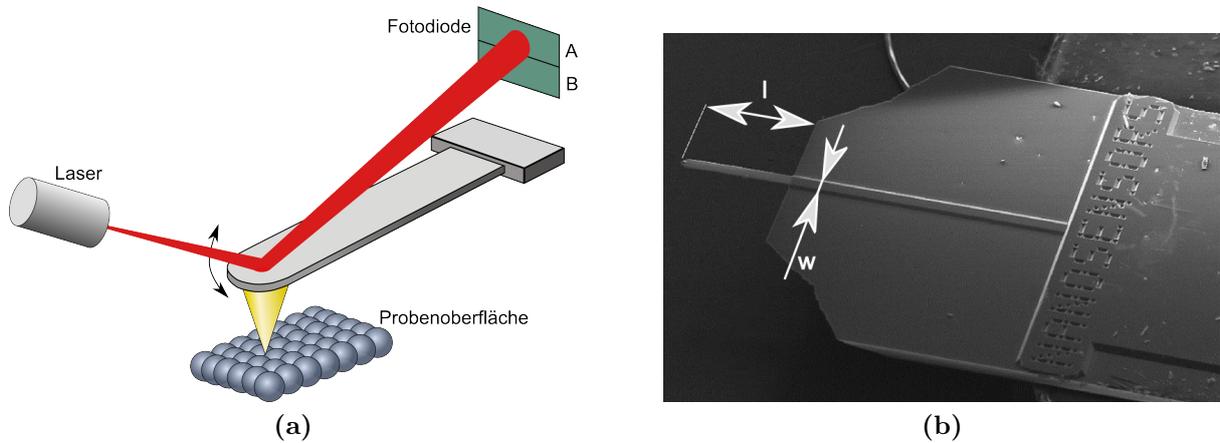


Abb. 1.3: (a) Funktionsprinzip zur Detektion (optisches Ausleseverfahren) der Oberflächentopografie mit Hilfe eines Atomkraftmikroskops. (b) - Detailaufnahme eines AFM-Cantilevers der Firma NanosensorsTM. Das Bild zeigt den massiveren Träger des nach links zeigenden Cantilevers [21]. An dessen Spitze (Länge l , Breite w , Dicke t) befindet sich die nach oben zeigende eigentliche Messspitze. Auf der im Bild nicht zu sehenden Rückseite des Cantilevers befindet sich im Allgemeinen eine kleine verspiegelte Fläche, die den einfallenden Laserstrahl auf eine positionssensitive Fotodiode reflektiert.

dann ein Maß für die Kraftwechselwirkung und wird als Regelgröße für das punktweise Abtasten der Oberfläche genutzt. Der dritte und hier nicht weiter betrachtete Modus wird als „*Intermittierender Modus*“ bezeichnet und umfasst eine Mischung der beiden ersten Modi.

Abhängig vom Messmodus werden unterschiedliche Federkonstanten k bevorzugt, die im Folgenden für einen Cantilever rechteckigen Querschnitts gegeben sind [22]:

$$k = \frac{3YI}{l^3} \quad \text{mit} \quad I = \frac{wt^3}{12} \quad \Rightarrow \quad k = \frac{Yt^3w}{4l^3} \quad . \quad (1.8)$$

Dabei steht l für die Länge, w für die Breite, t für die Dicke, Y für den Elastizitätsmodul und I für das Flächenträgheitsmoment eines rechteckigen Querschnitts. Im Gegensatz zum Kontakt-Modus, werden im Nicht-Kontakt-Modus möglichst hohe Federkonstanten zwischen 1 und 100 Nm^{-1} bevorzugt, um bei zu großer Annäherung an die Probenoberfläche einen Kontakt durch die auftretenden Van-der-Waals-Kräfte zu verhindern¹².

Ein Weg, die Empfindlichkeit der Messmethode im kontaktfreien Modus zu steigern, ist Cantilever mit möglichst geringen mechanischen Verlusten einzusetzen, da sich die erreichbare Kraftauflösung F_{min} bei der Frequenz¹³ ω proportional zur Wurzel des mechanischen Verlustes ϕ verhält [23, 24]:

¹²Plötzlicher Kontakt mit der Probenoberfläche führt zu sogenannten, ungewollten „Glitches“ (Artefakte) in den Aufnahmedaten.

¹³Die Messfrequenz ist dabei durch die Resonanzfrequenzen des Cantilevers vorgegeben.

$$F_{min} = \sqrt{\frac{4kk_B T \Delta f \phi}{\omega}} \quad (1.9)$$

k_B entspricht dabei der Boltzmannkonstante, T der absoluten Temperatur und Δf der Bandbreite. Die noch zuvor erwünschte hohe Federkonstante wirkt sich nach Gl. (1.9) aber nachteilig auf die Auflösung aus, so dass diese der entsprechenden Anwendung angepasst zwischen $0,005$ und 100 Nm^{-1} [25] durch das Geometriedesign variiert wird. Beim Betrieb eines AFMs bei Umgebungsdruck beschränkt die Druckdämpfung (siehe Abschnitt 3.2.3) die maximal erreichbare Auflösung. Hier liegen die Verluste ϕ des Cantilevermaterials zwischen $10^{-3} \dots 10^{-2}$ [22]. Setzt man Gl. (1.8) in Gl. (1.9) ein und stellt das Ergebnis bezogen auf die Geometrie¹⁴ des Cantilevers um, so folgt [3]:

$$F_{min} = \sqrt{\frac{k_B T \Delta f \omega t^2 \phi}{l}} (Y \rho)^{\frac{1}{4}} \quad (1.10)$$

In Verbindung mit den zuvor genannten, drucklimitierten Verlusten liegen die Raumtemperaturwerte F_{min} eines typisch dimensionierten Cantilevers aus Silizium im Bereich von $\approx 10^{-13} \text{ N}/\sqrt{\text{Hz}}$. Umgeht man die Druckdämpfung der Cantileverschwingung durch Einsatz der Messapparatur im Vakuum, so würden die mechanischen Verluste material- und geometriebedingt auf $\phi \approx 10^{-5}$ fallen und eine um knapp zwei Größenordnungen verbesserte Kraftauflösung von $F_{min} \approx 3 \times 10^{-15} \text{ N}/\sqrt{\text{Hz}}$ ermöglichen.

Wie zuvor schon erwähnt, hängt auch bei dieser Anwendung die höchste erreichbare Auflösung direkt mit dem mechanischen Verlust des Cantilevermaterials zusammen. Im Gegensatz zu Anwendungen mit einigen zehn Zentimeter großen Substraten, besteht Grund zu der Annahme, dass besonders der Zustand und die Beschaffenheit der Cantileveroberflächen eine ausgeprägte Rolle spielen (siehe Abschnitt 3.2.1).

1.1.3 Laserstabilisierung durch kryogene Resonatoren

Laser mit geringen Linienbreiten genießen großes Interesse im Bereich hochauflösender Spektroskopie [26, 27], Frequenzstandards [28] und der Bestimmung fundamentaler Konstanten. Erreicht wird die Frequenzstabilisierung, indem der entsprechende Laser auf die Resonanz eines mechanisch und thermisch ultrastabilen Referenzresonators z.B. mit Hilfe des Pound-Drever-Hall-Verfahrens [29] gelockt wird. Die Finesse F solcher Resonatoren liegt im Bereich größer 150000. Die höchste durch dieses Verfahren erreichbare Frequenzstabilität wird hierbei durch die Längenstabilität des Resonators beschränkt. Um die Stabilität so weit wie möglich zu erhöhen, werden die Resonatoren aus Materialien wie

¹⁴siehe Gl. (2.27) für Fundamentalschwingung aus Abschnitt 2.4.2

Zerodur, ULE¹⁵ oder Fused Silica [2] gefertigt, da diese sehr niedrige thermische Ausdehnungskoeffizienten aufweisen. Lokale Temperaturfluktuationen führen demnach bei Raumtemperatur zu deutlich minimierten Längenänderungen im Vergleich zu z.B. kristallinen Materialien wie Silizium oder Saphir. Zusätzlich erfahren die Resonatoren eine spezielle Lagerung (siehe Abb. 1.4), um die Einkopplung seismischer Schwingungen sowie das Auftreten mechanischer Spannungen im Material so weit wie möglich zu senken.

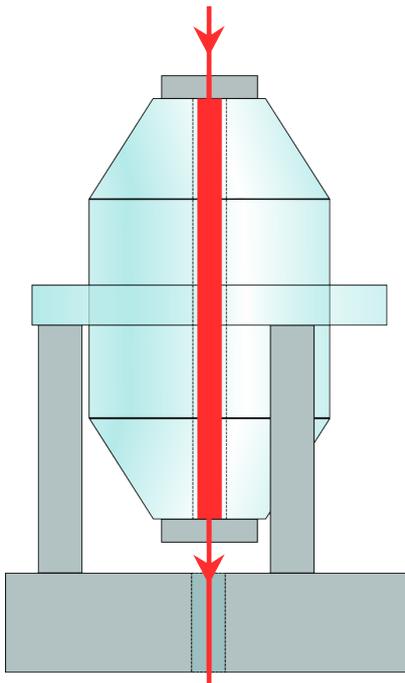


Abb. 1.4: Schematische Darstellung eines Referenzresonators für die Stabilisierung schmalbandiger Laser. Der türkisfarbene Zylinder (mit angeformten Konussen am jeweiligen Ende) ist mit einer vertikal verlaufenden Axialbohrung versehen. Auf den Enden des Zylinders sind Spiegel (grau dargestellt) angebracht, die durch ihre hohen Reflektivitäten einen Resonator mit Finessen um 150000 bilden. Die Laserwellenlänge des von oben einfallenden Lichtes (rot dargestellt) wird so ausgeregelt, dass diese resonant einkoppelt. Aufgrund der hohen Finesse und der mechanischen Stabilität des Resonators lassen sich Laser auf Bandbreiten und Frequenzdrifts im Sub-Hertzbereich stabilisieren.

Bei Raumtemperatur lassen sich so Frequenzstabilitäten von $0,1 \text{ Hz}/\sqrt{\text{Hz}}$ bei 1 Hz [2] bzw. Laserlinienbreiten von $0,6 \text{ Hz}$ für eine Dauer von mindestens 30 s [26] erreichen.

Selbst wenn der thermische Ausdehnungskoeffizient α durch die Wahl eines geeigneten Materials auf Werte kleiner 10^{-8} K^{-1} [30] für eine gegebene Temperatur¹⁶ reduziert werden kann, begrenzt das Brownsche Rauschen des Resonators¹⁷ die Frequenzstabilität. Für den Beitrag des Abstandhalters zwischen den beiden Endspiegeln wird vereinfachend angenommen, dass dieser die Form eines Zylinders besitzt [2]. Außerdem sollen nur longitudinale Längenänderungen in Betracht gezogen werden. Unter der Annahme, dass das Abstandhaltermaterial den mechanischen Verlust ϕ_{spacer} besitzt, folgt:

$$S_x^2(\omega) = \frac{4k_B T}{\omega} \frac{L}{3\pi R^2 Y} \phi_{spacer} \quad , \quad (1.11)$$

wobei R der Durchmesser des Abstandhalters und L dessen Länge ist. Wie bei vorherigen

¹⁵engl.: Ultra Low Expansion Glass

¹⁶Diese Temperaturen liegen im Allgemeinen leicht über Raumtemperatur.

¹⁷Dabei addieren sich die Rauschbeiträge der beiden Endspiegel und des sogenannten „Spacermaterials“.

Beispiel ermöglicht ein besseres Verständnis des mechanischen Verlustes ϕ eine effektive Minimierung des thermischen Rauschens.

1.2 Thermisches Rauschen und Fluktuations-Dissipations-Theorem

Thermisches Rauschen erwächst aus der Tatsache, dass ein jeder Körper an ein Wärmebad gebunden ist. Dieses Wärmebad ermöglicht wie bereits ausgeführt die Bewegung seiner Atome in all ihren Bewegungsfreiheitsgraden. Das Resultat ist eine permanente, zufällige Anregung zur Bewegung¹⁸. Die Verknüpfung zwischen thermischer Anregung und Dissipation von Energie schafft das in den 1950er Jahren von Callen et al. [31,32] entwickelte **Fluktuations-Dissipations-Theorem** (FDT). Die spektrale Rauschleistungsdichte $S_x(\omega, T)$ ergibt sich damit zu [5]:

$$S_x(\omega, T) = \frac{4k_B T}{\omega^2} \Re \left[\frac{1}{Z(\omega)} \right] \quad , \quad (1.12)$$

mit $\Re[1/Z(\omega)]$, dem Realteil der Impedanz Z . Wobei die Impedanz bei der Kreisfrequenz ω der Quotient aus wirkender Kraft F und erreichter Geschwindigkeit v ist. Die rechte Seite von Gl. (1.12) beschreibt damit den Teil, der für die Dissipation von Energie verantwortlich ist und koppelt diesen mit statistischen Ortsfluktuationen. Ermittelt man $\Re[Z(\omega)]$ für einen strukturgeädmpften¹⁹, harmonischen Oszillator der Masse m , Resonanzfrequenz ω_0 und komplexen Federkonstante $k(1 + i\phi)$, so folgt:

$$Z(\omega) = \frac{m\omega_0^2\phi}{\omega} + im \left(\omega - \frac{\omega_0^2}{\omega} \right) \quad , \quad (1.13)$$

woraus sich $S_x(\omega, T)$ schlussendlich zu:

$$S_x(\omega, T) = \frac{4k_B T}{\omega} \frac{\phi(\omega)\omega_0^2}{m[\omega_0^4\phi^2(\omega) + (\omega_0^2 - \omega^2)^2]} \quad (1.14)$$

ergibt.

1.3 Ansätze zur Rauschreduzierung

Der im vorherigen Abschnitt aufgezeigte Weg zur Korrelation des thermischen Rauschens eines harmonischen Oszillators mit dessen mechanischen Verlusten bietet die Grundlage

¹⁸Die in den Resonanzen eines mechanischen Systems besonders effizient erfolgt.

¹⁹Im Falle der internen Reibung eines Festkörpers ist diese stark vereinfachte Annahme gerechtfertigt.

für die Inhalte und Ziele dieser Arbeit.

Die zuvor aufgeführten Gleichungen haben bereits gezeigt, dass S_x mit zunehmendem Verlust und zunehmender Temperatur steigt. Daraus ergeben sich die Hauptschwerpunkte, die zur Senkung des internen thermischen Rauschens und somit zur Steigerung der Empfindlichkeit führen:

- Das Absenken der Temperatur aller mechanischen und optischen Komponenten hin zu kryogenen Temperaturen, die unmittelbar Einfluss auf des Gesamtrauschen der Messanordnung haben. Im Falle der interferometrischen Gravitationswellendetektoren wären das alle reflektiven und transmittiven Optiken sowie deren Aufhängungen. In der Rastersondenmikroskopie wären es die Cantilever und auf dem Gebiet der Laserstabilisierung die Abstandhalter, sowie die daran fixierten Endspiegel.
- Die Auswahl von Materialien, die geringere mechanische Verluste aufweisen. Ausschlaggebend ist weiterhin, dass das Verhalten der mechanischen Verluste beim Abkühlen den Empfindlichkeitsgewinn durch das Entziehen thermischer Energie nicht zunichte machen. Im Idealfall wäre eine Abnahme der Verluste mit der Temperatur erstrebenswert.

Abb. 1.5 zeigt eine temperaturabhängige Übersicht des mechanischen Verlustes ausgewählter Materialien, wie Fused Silica, kristallinem Quarz²⁰ und Silizium. Aktuell bestehen die Optikkomponenten in Gravitationswellendetektoren aus Fused Silica. Nach Abb. 1.5 steigt der mechanische Verlust des Materials aber mit abnehmender Temperatur, so dass es für einen Einsatz als Substratmaterial bei tiefen Temperaturen nicht in Frage kommt²¹. Einen Ausweg bieten einkristalline Stoffe. So zeigt die kristalline Form von Fused Silica beim Abkühlen eine Tendenz hin zu abnehmenden Verlusten, der aber durch breite Verlustanstiege unterbrochen wird. Die Ursachen der Anstiege sind aus der Literatur bekannt und konnten auf thermisch aktivierte Platzwechselprozesse von Verunreinigungen im Kristall zurückgeführt werden [33].

Alternativ zum Kristallquarz wurde Silizium speziell für den Einsatz in Gravitationswellendetektoren²² vorgeschlagen [34, 35]. Silizium zeichnet sich im dargestellten Fall durch nahezu stetig fallende mechanische Verluste für sinkende Temperaturen aus, deren Verlauf ebenfalls von vergleichsweise kleinen Verlustanstiegen unterbrochen wird. Für deren Begründung existieren bislang zu wenige Informationen, um konkrete Vorschläge für die

²⁰Bei kristallinem Quarz handelt es sich um die chemisch identische, aber kristalline Form von Fused Silica.

²¹Dies ist gleichzeitig ein allgemeiner Befund für amorphe Festkörper bei tiefen Temperaturen.

²²Der geplante Einsatztemperatur von Silizium liegt aufgrund verschiedener Materialeigenschaften wie z.B. dem thermischen Ausdehnungskoeffizienten und der Wärmeleitfähigkeit zwischen 10 und 20 K.

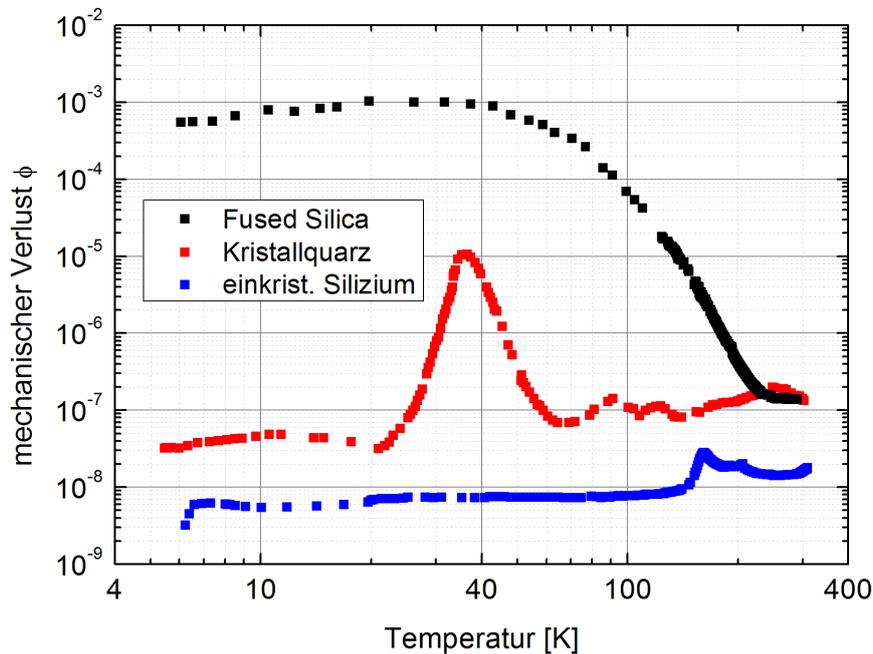


Abb. 1.5: Vergleich der temperaturabhängigen mechanischen Verluste von Fused Silica, kristallinem Quarz und Silizium zwischen 5 und 325 K [4]. Anders als die beiden kristallinen Materialien bewirkt ein Abkühlen von Fused Silica auf ca. 6 K eine Zunahme des mechanischen Verlustes um den Faktor 10000, was eine erhebliche Erhöhung des thermischen Rauschens zur Folge hat.

Wahl von Silizium in Bezug auf Kristallorientierung, maximal zulässiger Verunreinigung oder sogar gezielter Dotierung geben zu können. Für weitere Alternativmaterialien wie Saphir und Calciumfluorid existieren ebenfalls nur unzulängliche Aussagen über das Verhalten ihrer mechanischen Verluste, speziell bei kryogenen Temperaturen.

Neben dem reinen Substratrauschen spielt besonders das thermische Rauschen der dielektrischen Schichtstapel zur Ver- und Entspiegelung von Oberflächen eine große Rolle. Sie bilden die Zone, in der u.a. die stärkste Wechselwirkung zwischen Festkörper und Laserstrahlung stattfindet. Für den aktuellen Betrieb von Gravitationswellendetektoren bei Raumtemperatur haben sich Schichtstapel aus alternierenden, amorphen Siliziumdioxid- und Tantalpentoxidschichten als sehr gut geeignet erwiesen. Wie bereits für amorphe Materialien am Beispiel von Fused Silica erwähnt, führt auch deren Abkühlen zu einem Anstieg des thermischen Rauschens.

International existieren nur wenige Gruppen, die in der Lage sind, derartige Materialien zwischen 5 und 325 K zu charakterisieren. Während sich die wenigen anderen Gruppen nahezu vollständig auf die Charakterisierung und Optimierung aktuell verwendeter Materialien bei Raumtemperatur spezialisiert haben, flossen die im Rahmen dieser Arbeit erhaltenen Resultate bereits unmittelbar in das Design und die Planung einer neuen Generation interferometrischer Gravitationswellendetektoren (ET - Einstein-Teleskop [36,37]) ein.

2 Der mechanische Verlust

Im vorangegangenen Kapitel wurde dargelegt, dass über das Fluktuations-Dissipations-Theorem eine Verknüpfung zwischen thermischem Rauschen und dem mechanischen Verlust existiert. Das nun folgende Kapitel enthält nähere Ausführungen dazu, welche festkörperphysikalischen Betrachtungen zum Modell des mechanischen Verlustes führen und wie sich dieser experimentell bestimmen lässt.

2.1 Vom standard-anelastischen Festkörper zum mechanischen Verlust

2.1.1 Die quasistatische Betrachtung von Festkörpern

Für das Verständnis von Anelastizität und folglich Dissipation von Energie ist die Betrachtung des ideal elastischen, isotropen Festkörpers sehr hilfreich. Geht man vom Hooke'schen Gesetz aus, so gilt für die Spannung $\sigma = F/A$ und die Verformung $\epsilon = \Delta x/x$ folgende Beziehung [38, 39]:

$$\sigma = Y\epsilon \quad \text{bzw.} \quad \epsilon = J\sigma \quad . \quad (2.1)$$

Demnach gilt für den Elastizitätsmodul $Y = 1/J$, wobei J als die Nachgiebigkeit des Materials bezeichnet wird. Aus Gl. (2.1) folgt, (1) - zu jeder Spannung existiert genau ein Verformungsgleichgewicht, (2) - die Verformung geschieht instantan und reversibel, (3) - Spannung und Verformung sind linear verknüpft.

Lässt man zu, dass die Verformungsresponse der angelegten Spannung nicht instantan folgt, sondern nach einer gewissen Zeit $t \neq 0$, so liegt das Verhalten eines anelastischen Festkörpers vor. Der Vergleich der Kriechfunktion $J(t) \equiv \epsilon(t)/\sigma_0$ von elastischem und anelastischem Festkörper beim Anlegen einer Spannung σ_0 , ist in Abb. 2.1 dargestellt.

Der dargestellte Prozess wird auch als Verformungsrelaxation bezeichnet. Übt man hingegen eine Verformung ϵ_0 auf einen Festkörper aus, so folgt dieser eine Spannung $\sigma(t)$. Analog zur Kriechfunktion definiert sich die Spannungs-Relaxations-Funktion $Y(t) = \sigma(t)/\epsilon_0$.

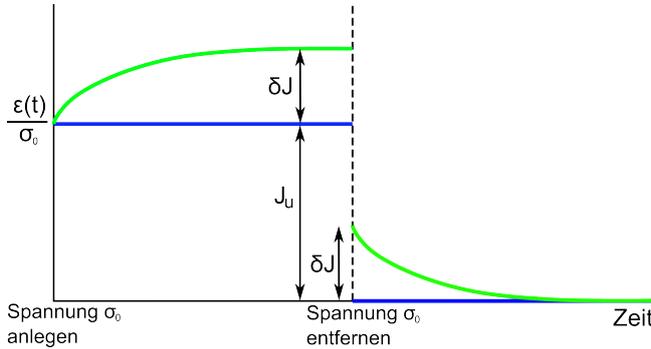


Abb. 2.1: Verhalten von Spannung σ und Verformung ϵ für den ideal elastischen (**blau**) und anelastischen (**grün**) Festkörper. J_u entspricht der unrelaxierten Nachgiebigkeit, δJ der Relaxation der Nachgiebigkeit J .

2.1.2 Die dynamische Beanspruchung von Festkörpern

Da sich, wie später gezeigt werden soll, dynamische Beanspruchungen sehr gut eignen, um Informationen über das Material auf der Basis kurzer Zeitskalen zu erhalten, sollen in Folgenden die mechanische Spannung σ und Verformung ϵ als periodisch:

$$\sigma = \sigma_0 e^{i\omega t} \quad \text{und} \quad \epsilon = \epsilon_0 e^{i(\omega t - \phi)} \quad (2.2)$$

angenommen werden. σ_0 und ϵ_0 entsprechen den Spannungs- und Verformungsamplituden, ω der Kreisfrequenz ($\omega = 2\pi f$) und ϕ dem Phasenwinkel zwischen aufgeprägter Spannung und resultierender Verformung. Für den Fall, dass es sich um einen elastischen Festkörper handelt, ist $\phi = 0$, im anelastischen Fall ungleich Null. Der Winkel ϕ wird auch als Verlustwinkel bezeichnet. Aus der komplexen Annahme aus Gl. (2.2) folgt für die Nachgiebigkeit J :

$$J^*(\omega) \equiv \frac{\epsilon}{\sigma} = |J|(\omega) e^{-i\phi(\omega)} \quad (2.3)$$

Schreibt man die rechte¹ Gleichung aus Gl.(2.2) alternativ als:

$$\epsilon = (\epsilon_1 - i\epsilon_2) e^{i\omega t} \quad , \quad (2.4)$$

bei dem der Anteil ϵ_1 in Phase und ϵ_2 90° außer Phase zur angelegten Spannung ist, so erhält man nach der Division durch σ :

$$J^*(\omega) = \frac{\epsilon_1}{\sigma} - i \frac{\epsilon_2}{\sigma} = J_1(\omega) - iJ_2(\omega) \quad . \quad (2.5)$$

J_1 und J_2 werden in diesem Zusammenhang auch als „Speicher-“ und „Verlustnachgiebigkeit“ bezeichnet. Trägt man $J_1(\omega)$ als Realteil und $J_2(\omega)$ als Imaginärteil in ein Zeigerdiagramm ein, so folgt für den Verlustwinkel ϕ :

¹Alle folgenden Schritte zur Herleitung des mechanischen Verlustes anhand der komplexen Verformung, lassen sich analog auch aus der komplexen Spannung ableiten.

$$\tan \phi = \frac{J_2}{J_1} \quad , \quad (2.6)$$

was analog auch für den Betrag des dynamischen Modul $Y^*(t) = \sigma/\epsilon = |Y|(\omega)e^{-i\phi(\omega)}$ gilt.

2.2 Definition des mechanischen Verlustes

Um den mechanischen Verlust mit einer Dissipation von Energie ΔE pro Schwingungszyklus in Beziehung zu bringen, berechnet man das Integral:

$$\Delta E = \oint \sigma d\epsilon = \pi J_2 \sigma_0^2 \quad . \quad (2.7)$$

Die in einer Schwingungsperiode gespeicherte Energie E ergibt sich zu:

$$E = \int_{\omega t=0}^{\pi/2} \sigma d\epsilon = \frac{1}{2} J_1 \sigma_0^2 \quad . \quad (2.8)$$

Der Quotient aus den Ausdrücken für ΔE und E liefert für den mechanischen Verlust ϕ unter der Annahme $\phi \ll 1$:

$$\frac{\Delta E}{E} = 2\pi \frac{J_2}{J_1} = 2\pi \tan \phi \quad \Rightarrow \quad \tan \phi \approx \phi = \frac{1}{2\pi} \frac{\Delta E}{E} \quad . \quad (2.9)$$

Eine andere Bezeichnung der mechanischen Verluste eines Systems findet sich in der Literatur unter dem Begriff der mechanischen Güte, die als das Inverse des Verlustes definiert ist. Diese Größe ist im Gegensatz zum Verlust nur an den mechanischen Resonanzen definiert.

2.3 Verluste zusammengesetzter Systeme

Im Allgemeinen ist davon auszugehen, dass sich der gemessene mechanische Verlust aus der Summe mehrerer Verlustbeiträge zusammensetzt:

$$\phi_{ges} = \sum_{j=1}^N \frac{E_j}{\sum_{i=1}^N E_i} \phi_j \quad . \quad (2.10)$$

Gl. (2.10) ist also zu entnehmen, dass jeder Verlustbeitrag ϕ_i durch einen Faktor gewichtet ist. Dieser Faktor hängt davon ab, wieviel Energie E_i durch einen Einzelprozess in Relation

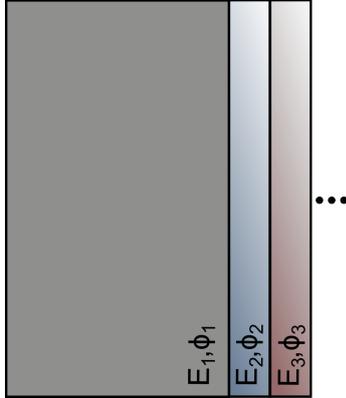


Abb. 2.2: Zusammengesetzte Systeme unterschiedlicher Verluste ϕ_i , wie z.B. eines Substrats mit einem aufgetragenen Stapel dielektrischer Schichten.

zur Summe aller im System vorhandenen Energien maximal dissipiert werden kann. Dieser Zusammenhang spielt bei der Bestimmung des mechanischen Verlustes dünner Schichten auf einem Substrat, wie es in Kapitel 5 über die Charakterisierung dünner Schichten auf Blattschwingern der Fall ist, eine entscheidende Rolle.

Da die Untersuchung des reinen Schichtverlustes² im Rahmen dieser Arbeit nur an Einzelschichten durchgeführt wurde, soll sich bei der folgenden Angabe des zuvor genannten Skalierungsfaktors ebenfalls auf eine Einzelschicht beschränkt werden. Im Falle der Energiedissipation in einer aufgetragenen dünnen Schicht der Dicke h auf einem Träger rechteckigen Querschnitts und homogener Dicke a ergibt sich für den gemessenen mechanischen Verlust ϕ_{ges} unter Vernachlässigung möglicher anderer Verlustbeiträge:

$$\phi_{ges} = \frac{E_{bulk}}{E_{coat} + E_{bulk}} \phi_{bulk} + \frac{E_{coat}}{E_{coat} + E_{bulk}} \phi_{coat} \quad (2.11)$$

E_{coat} und E_{bulk} entsprechen den in der Beschichtung und im Substrat gespeicherten Energien, ϕ_{bulk} dem reinen Substratverlust und ϕ_{coat} dem zu bestimmenden Schichtverlust. Unter der Annahme, dass die in der Schicht gespeicherte Energie E_{coat} viel kleiner als E_{bulk} ist, vereinfacht sich der Skalierungsfaktor zu E_{coat}/E_{bulk} . Er lässt sich in guter Näherung [40] als:

$$\frac{E_{bulk}}{E_{coat}} \approx 3 \frac{Y_{coat}}{Y_{bulk}} \frac{h}{a} \quad (2.12)$$

angeben, wobei Y_{coat} und Y_{bulk} für die Elastizitätsmoduln von Schicht- und Substratmaterial stehen. Befindet sich eine weitere Schicht des gleichen Materials z.B. auf der Rück-/Unterseite des Substrats, so vergrößert sich der Ausdruck in Gl. (2.12) um den Faktor 2. Aus Gl. (2.12) wird deutlich, dass sich die Auswirkungen der Schicht für die Untersuchung maximieren lassen, wenn h/a und/oder Y_{coat}/Y_{bulk} so groß wie möglich gewählt werden. Wie später in Kapitel 5 gezeigt wird, verändert sich das mechanische Verhalten dünner Schichten mit ihrer Schichtdicke, was zu der Notwendigkeit führt, diesen Sachverhalt näher zu untersuchen.

²Unter Vernachlässigung von Grenzflächeneffekten zwischen Substrat und Schicht bzw. in Schichtstapeln.

2.4 Die mechanische Resonanz

Ein Blick auf Literaturwerte für den mechanischen Verlust verlustarmer Materialien wie Silizium [41], Saphir [42] oder geschmolzenes Quarzglas [43] zeigt, dass dieser den Bereich von $\phi = 10^{-4} \dots 10^{-10}$ zwischen 100 Hz und einigen MHz abdeckt. Anschaulich bedeutet das, dass der aufgeprägten mechanischen Spannung auf einen Festkörper eine Dehnung folgt, die um den angegebenen Winkel ϕ nachläuft. Messtechnisch ist eine direkte Messung derart kleiner Verlustwinkel nicht praktikabel. Eine Alternative bietet die dynamische Anregung des Festkörpers (siehe Abschnitt 2.1.2) durch eine aufgeprägte oszillierende Spannung. Stimmt die Frequenz des Spannungsfeldes mit der mechanischen Resonanz der Probe überein, so kommt es zu einem Anstieg der Oszillationsamplitude der Probe. Wie im Folgenden gezeigt wird, lässt sich anhand des Frequenz- und Zeitverlaufs der auftretenden Schwingung eine Aussage über den mechanischen Verlust des Systems machen.

2.4.1 Experimentelle Methoden zur Bestimmung mechanischer Verluste

Da die Energie einer Schwingung mit deren Amplitude verknüpft ist, stellt die Messung der Schwingungsamplitude und deren zeitlicher bzw. frequenzabhängiger Verlauf eine geeignete Methode zur Bestimmung des mechanischen Verlustes (siehe Gl. (2.9)) dar. Abhängig von der im schwingfähigen System vorhandenen Dämpfung lassen sich zwei unterschiedliche Ansätze ableiten. Einer der beiden Ansätze bedient sich der Bestimmung einer charakteristischen Abklingzeit τ aus dem zeitabhängigen Verlauf einer freien, viskos gedämpften, harmonischen Schwingung:

$$m\ddot{x} + r\dot{x} + kx = 0 \quad . \quad (2.13)$$

m entspricht hierbei der Masse des Oszillators, x der Auslenkung in Bezug auf die Ruhelage, r einer Reibungskonstante, k der Federkonstante und t der Zeit. Außerdem gilt für das Quadrat der ungedämpften³ Kreisfrequenz $\omega_0^2 = k/m$ (mit $\omega = 2\pi f = 2\pi/T$) und $\gamma = r/m$. Löst man Gl. (2.13) unter Zuhilfenahme von $\gamma/2 = \tau^{-1}$ [44], folgt:

$$x(t) = x_0 e^{-\frac{t}{\tau}} \cos \omega t \quad . \quad (2.14)$$

Durch die Bilanzierung der im System gespeicherten kinetischen und potentiellen Energie erhält man in Verbindung mit Gl. (2.9) und der Entwicklung der Exponentialfunktion (für $\tau \ll T$) folgenden Ausdruck für den mechanischen Verlust ϕ :

³Im Falle einer von Null verschiedenen Dämpfung kommt es zu einer Verschiebung der Resonanzfrequenz.

$$\phi^{-1} = \frac{2\pi}{1 - e^{-2\frac{T}{\tau}}} \approx \frac{2\pi}{1 - 1 + 2\frac{T}{\tau}} = \pi \frac{\tau}{T} \quad . \quad (2.15)$$

Unter Berücksichtigung von $f_0 = T^{-1}$ folgt:

$$\phi = \frac{1}{\tau \pi f_0} \quad . \quad (2.16)$$

Für das freie, harmonische Abklingen einer Schwingung verhält sich der mechanische Verlust dementsprechend umgekehrt proportional zum Produkt aus Resonanzfrequenz f_0 , Abklingzeit⁴ τ und der Kreiszahl π .

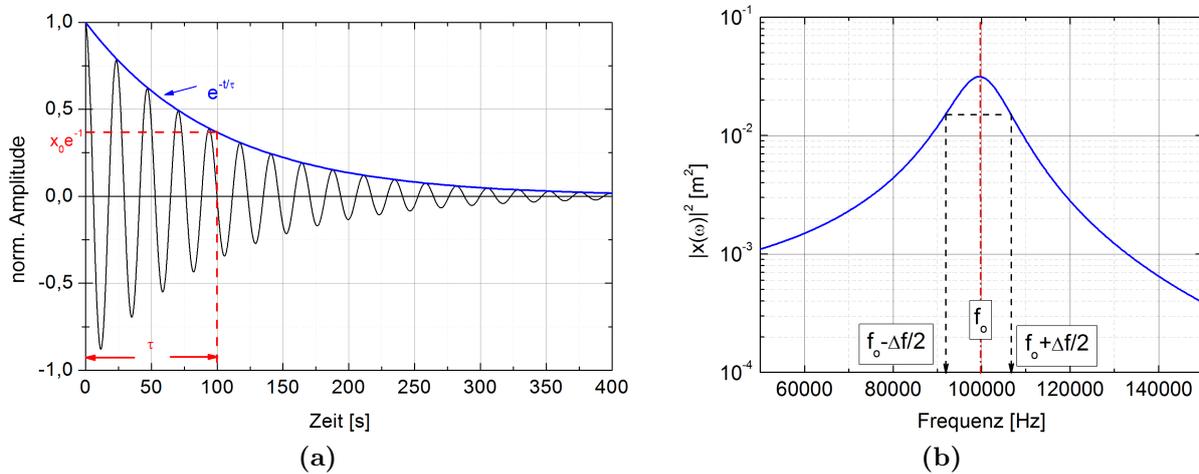


Abb. 2.3: (a) - Für die Bestimmung des mechanischen Verlustes aus der Abklingzeit wird die Zeit τ abgewartet, während der die Amplitude der Einhüllenden (blaue Linie) einer Schwingung auf den $1/e$ -ten Teil ihres Startwertes abgeklingen ist. (b) - Für hinreichend große Verluste⁴ wird der Verlust aus dem Verhältnis von Δf zu f berechnet, wobei Δf der 3 dB-Bandbreite entspricht.

Steigt die Dämpfung auf Werte, bei denen die Abklingzeit τ so stark fällt, dass sie in den Bereich der Aufnahmezeit einzelner Messpunkte gerät, versagt das Messprinzip der Abklingmessung. An dieser Stelle erfolgt die Verlustbestimmung aus dem Verlauf der lorentzförmigen Resonanzkurve. Ähnlich dem Vorgehen für die Berechnung des Verlustes aus der exponentiellen Einhüllenden der Schwingung, geht man in diesem Fall von einem gedämpften harmonischen Oszillator aus. Der Unterschied besteht darin, dass nun eine periodische Kraft $F_0 e^{-i\omega t}$ auf das schwingfähige System wirkt:

$$m\ddot{x} + r\dot{x} + kx = F_0 e^{i\omega t} \quad . \quad (2.17)$$

Mit Hilfe des Ansatzes $x = \hat{x}(\omega) e^{i\omega t}$ [45] ergibt sich für den frequenzabhängigen Verlauf

⁴Diese vergeht während des Amplitudenabfalls auf den $1/e$ -ten Teil des Startwertes.

⁴Dies ist gegeben, wenn das in Abb. 2.3 (a) dargestellte freie Abklingen nicht mehr zu erkennen ist.

$|\hat{x}(\omega)|^2$ folgender Zusammenhang [46]:

$$|\hat{x}|^2 = \frac{F_0^2}{m^2(\gamma^2\omega^2 + (\omega_0^2 - \omega^2)^2)} \quad (2.18)$$

Für die Bestimmung der Breite der Resonanz sind die Frequenzwerte von Interesse, bei denen $|\hat{x}(\omega)|^2$ auf die Hälfte der Maximalamplitude bei $\omega = \omega_0$ abgefallen ist. Die hierdurch erhaltene Gleichung:

$$\omega_{1/2}^2 = \left(\omega_0^2 - \frac{\gamma^2}{2} \right) \pm \sqrt{\frac{\gamma^4}{4} + \gamma^2\omega_0^2} \quad (2.19)$$

vereinfacht sich bei Beachtung, dass $\gamma \ll \omega_0$ zu $\omega_{1/2}^2 = \sqrt{\omega_0^2 \pm \gamma\omega_0}$. Eine Entwicklung der Wurzel und die Annahme, dass $\Delta\omega = \omega_1 - \omega_2$ ist, führen zu $\Delta\omega = \gamma$, was in Verbindung mit Gl.(2.16) und $\tau = 2/\gamma$ zu:

$$\phi = \frac{\Delta f}{f_0} \quad (2.20)$$

führt. Damit kann der mechanische Verlust bei hinreichend großer Dämpfung, wie im folgenden Abschnitt ersichtlich ist (Abb.2.5), aus der 3-dB-Bandbreite der Resonanzkurve bestimmt werden.

Für die Messung der Schwingungsamplitude gibt es eine Vielzahl unterschiedlicher Methoden [47]. Eine Möglichkeit besteht darin, auf die Endfläche eines zylinderförmigen Substrats eine einige zehn bis hundert Nanometer dünne, leitfähige Metallschicht⁵ [48, 49] aufzubringen. Parallel zu dieser ordnet man in einem Abstand x eine weitere leitfähige Fläche an, deren Potential durch eine oszillierende Hochspannung bestimmt wird. Stimmen die Frequenzen des elektrischen Feldes zwischen Probe und leitfähiger Platte mit der mechanischen Resonanz der Probe überein, so fängt das Substrat an, auf dieser Frequenz resonant zu schwingen. Um zusätzliche Verluste, wie sie in Abschnitt 3 näher beschrieben werden, zu minimieren, kann abhängig vom zu untersuchenden Material auf das Aufbringen einer Metallschicht verzichtet werden. In diesem Fall bringt man die zweite Potentialfläche für die Erzeugung eines elektrischen Streufeldes zusammen mit der vom Hochspannungsgenerator gespeisten Potentialfläche auf einen isolierenden Träger auf. Als besonders geeignet haben sich kammförmige Strukturen [50] aufgrund ihres kapazitiven Verhaltens [48] herausgestellt.

Das Detektieren der Schwingung kann entweder durch eine zweite identische Anordnung einer metallischen Schicht an einer anderen Stelle des Substrats kapazitiv erfolgen oder z.B. optisch. Abhängig von Art und Amplitude der Schwingung wurde die resonante Aus-

⁵Diese Schicht befindet sich im Allgemeinen auf Erdpotential.

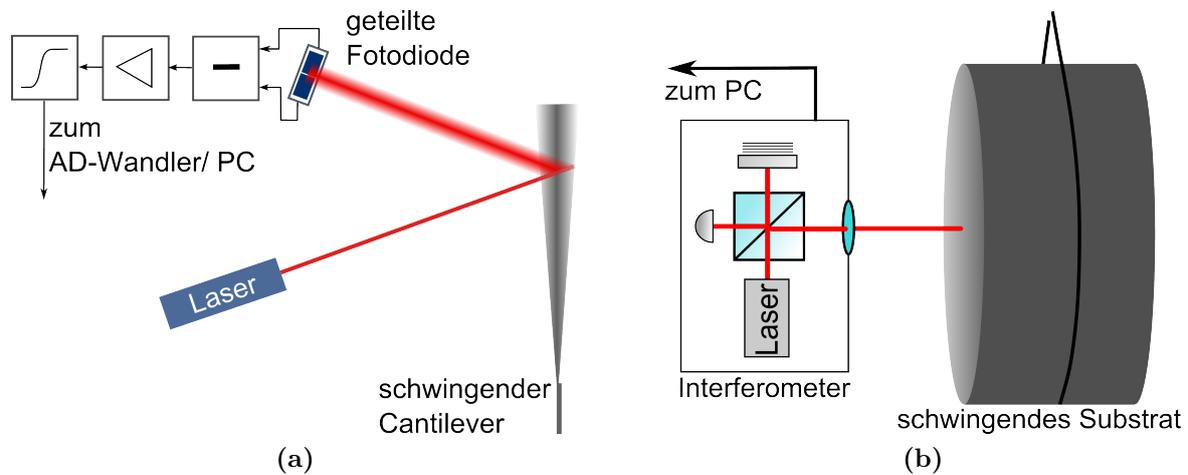


Abb. 2.4: Optische Ausleseverfahren zur Schwingungsdetektion. (a) - Detektion einer Schwingung mit Hilfe eines von der Probe (z.B. eines Cantilevers) reflektierten Strahls durch eine geteilte Fotodiode, (b) - schematische Darstellung der interferometrischen Detektion von Substratschwingungen. Der Referenzarm des Interferometers befindet sich im Gehäuse, der andere Arm wird durch die Reflexion an der Probenoberfläche gebildet.

lenkung der Substratoberfläche reflektiv auf einer geteilten Fotodiode (siehe Abb. 2.4 (a)) oder mit Hilfe eines Interferometers (siehe Abb. 2.4 (b)) detektiert. Im Falle des Interferometers dient die polierte Substratoberfläche als Endspiegel für einen der beiden Arme. Beide Verfahren unterscheiden sich in Bezug auf die Auslenkungsrichtung der Schwingung. Das interferometrische Konzept eignet sich besonders für Oberflächenauslenkungen in Strahlrichtung, die Fotodiodenvariante für Biege- und Torsionsschwingungen, die den Strahl aus seiner Einfallrichtung ablenken. Für alle im folgenden Abschnitt 4 vorgestellten Substratmessungen wurde ein Laservibrometer vom Typ SP-S 120 der Firma SIOS MESSTECHNIK GMBH [51] verwendet.

Auch wenn der mechanische Verlust als physikalische Größe nicht zwangsläufig an feste Frequenzen gebunden ist, ist seine Bestimmung bei hinreichend kleinen Werten von 10^{-4} bis 10^{-10} nur an den Resonanzen des Substrats möglich. Um den mechanischen Verlust einer Resonanz zu ermitteln, wird die Frequenz des anregenden elektrischen Feldes langsam der eigentlichen Resonanzfrequenz angenähert. Abhängig von der Größe des Verlustes verhält sich die Amplitude der Schwingung gemäß einem Lorentzprofil (siehe Abb. 2.5 (a)) oder es zeigen sich zusehends länger anhaltende Oszillationen (Abb. 2.5 (b) und (c)). Die Frequenz der auftretenden Schwebung ergibt sich aus der Differenz zwischen mechanischer Resonanz und der Frequenz des anregenden Feldes. Ist das Maximum der Amplitude überschritten, so wird das elektrische Feld abgeschaltet oder zumindest in der Frequenz so stark verschoben, dass keine weitere Energieeinkopplung in die Substratresonanz stattfindet. In diesem Fall kann ein exponentieller Abfall der Amplitude beobachtet werden, aus

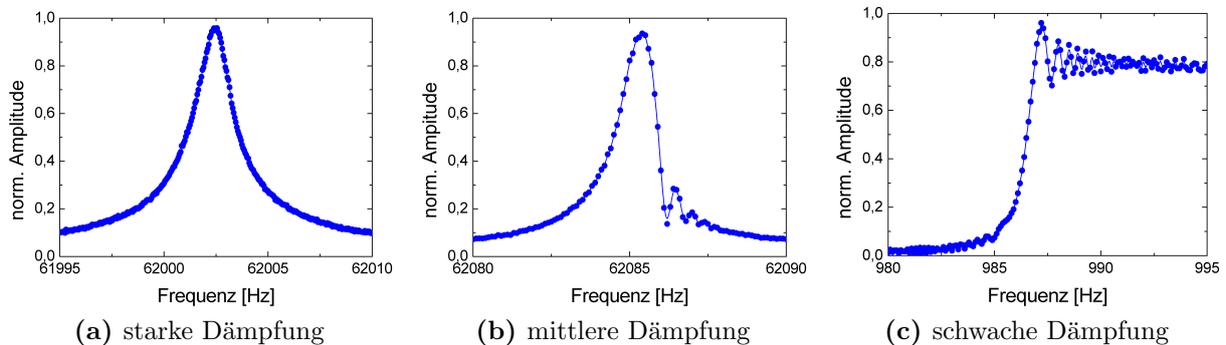


Abb. 2.5: Verlustabhängige Verzerrung der Resonanzkurve am Beispiel drei verschiedener Messungen mit jeweils unterschiedlich starker Dämpfung. Beginnend am niedrigeren Ende des dargestellten Frequenzbereichs erfolgt die schrittweise Erhöhung über die Resonanz hinweg. Für kleine Verluste folgt der Verlauf einem Lorentzprofil (a). Fallen die Verluste weit genug, so nimmt die Amplitude erst nach vielen Oszillationen auf einen Minimalwert ab ((b) und (c)).

dem sich mit Hilfe von Gl. (2.16) der mechanische Verlust berechnen lässt. Mit dem für diese Arbeit verwendeten Anrege- und Auslesesystem war ein Frequenzbereich von 10 Hz bis 300 kHz zugänglich. Die Frequenzgenauigkeit des Agilent 33120A Generators ist für alle in Frage kommenden Frequenzen mit 10 ppm angegeben. Die minimale, interferometrisch detektierbare Amplitude lag bei ca. 0,1 nm.

Neben den zwei genannten Ausleseverfahren wurde die Schwingungsdetektion mit Hilfe einer optischen Faser getestet. Diese Variante erlaubt die Vorteile der optischen Detektion auch bei sehr tiefen Temperaturen im Millikelvinbereich, da keine optische Durchführung in Form von Fenstern benötigt wird, die zusätzlich Wärme einträgt. Bei dieser Methode wird Licht durch einen Strahlteiler in eine Lichtleitfaser eingekoppelt (siehe Abb. 2.6). Auf der Austrittsseite der Faser sorgt eine entsprechend gewählte Linse für die Fokussierung des Lichtes auf die zu untersuchende Oberfläche. Bei richtigem Abstand zwischen Probe, Linse und Faser, wird ein Maximum an Licht in die Faser zurückreflektiert. Nachdem das reflektierte Licht die Faser am anderen Ende verlassen hat, kann dieses am Strahlteiler durch eine Fotodiode detektiert werden. Hierbei ist die Detektionsmethode besonders auf alle Bewegungen⁶ sensitiv, die den Anteil des zurückgekoppelten Lichts verändern.

Der Vergleich zwischen den Schwingungsspektren, die mit der Faser und dem Laservibrometer aufgenommen wurden, zeigt (siehe Abb. 2.7), dass mit der Faser Schwingungen mit einer Amplitude von 10 nm ohne Probleme detektiert werden können. Eine weitere Steigerung der Auflösung um mindestens zwei Größenordnungen ließ sich durch die Verwendung eines Lock-in-Verstärkers erreichen. Der Nachteil des Messverfahrens liegt im starren Abstand zwischen Probe und Faser bzw. Linse. Folglich ist diese Methode nur für

⁶Hierzu zählen Translation in Strahlrichtung sowie Biegung und Torsion der Probenoberfläche.

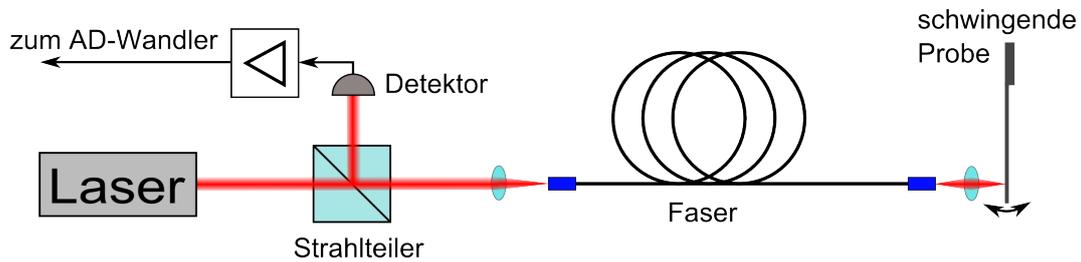


Abb. 2.6: Schematische Darstellung zur Schwingungsdetektion mit Glasfasern.

fest fixierte Schwinger, wie es z.B. bei Untersuchungen an mikros⁷- [52] und makroskopischen⁸ [53] Cantilevern der Fall ist, geeignet.

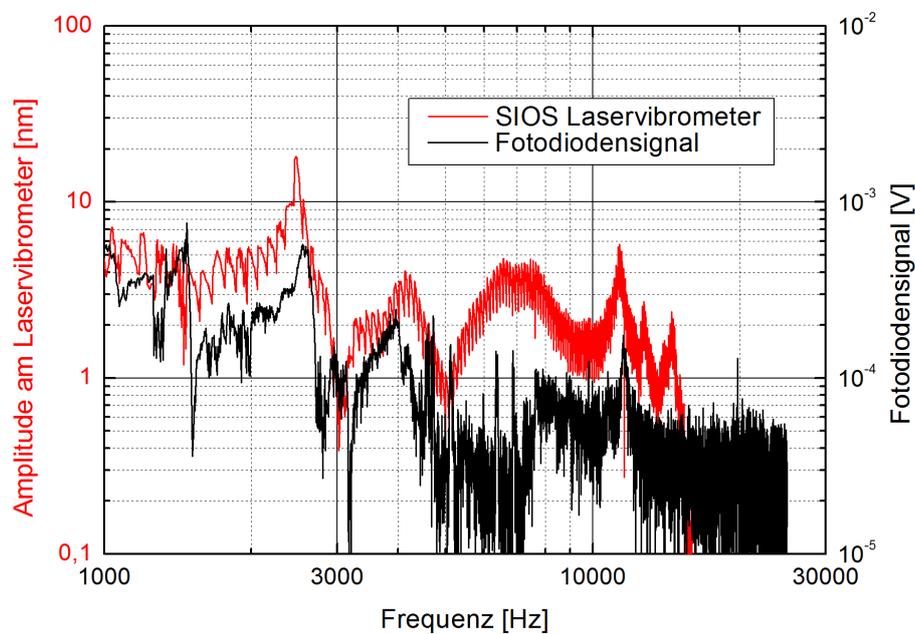


Abb. 2.7: Auflösungsvergleich zwischen Laservibrometer und Faserdetektion.

Ende der 1950er Jahre berichten Bömmel et al. [54] von der Erzeugung von Ultraschallwellen in Quarzproben. Hierbei werden zylinderförmige Proben, die beidseitig plan poliert sind, mit ihren Endflächen in koaxialen, elektrischen Resonatoren befestigt. Auf einer Seite wird die Oberflächenwelle erzeugt und auf der gegenüberliegenden Seite in abgeschwächter Form detektiert. Mit diesem Verfahren lassen sich Oszillationen mit Frequenzen im Bereich von 10^8 bis $2,5 \times 10^9$ Hz erzeugen.

Eine weitere Methode Schwingungen zu erzeugen besteht darin, über einen Piezoaktor [55] einen Impuls zu erzeugen und diesen in die zu untersuchende Probe einzukoppeln. Nachdem der Impuls die Probe durchlaufen hat, kann dieser mit einem Piezoaufnehmer registriert und ausgewertet werden.

⁷Die Ausdehnungen des Cantilevers befinden sich im Bereich einiger 100 nm bis einiger Mikrometer.

⁸Die Ausdehnungen des Cantilevers befinden sich im Bereich einiger 10 μ m bis einiger Millimeter.

2.4.2 Biege- und Torsionsschwingungen von Cantilevern

Für die systematische Untersuchung des mechanischen Verlustes verschiedener Proben ist es sinnvoll, die Lage der zu erwartenden Resonanzfrequenzen im Frequenzspektrum abzuschätzen. Anderenfalls würden Tage vergehen, um in wenigen Millihertz großen Frequenzschritten mehrere zehn bzw. hundert Kilohertz breite Frequenzbereiche nach den Eigenschwingungen der Proben abzusuchen. Zudem bieten Finite-Element-Analysen die Möglichkeit, das Aussehen verschiedener Schwingungsmoden zu berechnen, um auf der einen Seite eine möglichst verlustarme Lagerung der Proben zu ermöglichen und auf der anderen Seite die Stellen auf den Proben zu ermitteln, an denen möglichst viele Resonanzen eine detektierbare Auslenkung zeigen.

Im Fall von Cantilevern kann man für die Bestimmung der Resonanzen von einem einfachen Balken ausgehen. Spannt man genau diesen Balken rechteckigen Querschnitts einseitig ein und lässt dessen freies Ende schwingen, so folgt diese Schwingung nach Read et al. [56] folgender Bewegungsgleichung (Euler-Bernoulli-Gleichung):

$$\frac{\partial^4 w}{\partial x^4} + \frac{\rho A}{Y I_a} \frac{\partial^2 w}{\partial t^2} = 0 \quad . \quad (2.21)$$

$w(x, t)$ entspricht an dieser Stelle der transversalen Auslenkung des Cantilevers in Abhängigkeit des Abstands x von der Klemmstelle und der Zeit t . ρ repräsentiert die Dichte des Cantilevermaterials, $A = bh$ die Querschnittsfläche (b - Breite, h - Dicke), Y den Elastizitätsmodul und $I_a = bh^3/12$ das auf den Querschnitt bezogene Flächenträgheitsmoment. Mit Hilfe des Separationsansatzes:

$$w_n(x, t) = W_n(x)e^{i\omega_n t} \quad , \quad (2.22)$$

der Kreisfrequenz ω_n und der Länge l folgt:

$$\frac{d^4 W_n(x)}{dx^4} - \frac{\alpha_n^4 W_n}{l^4} = 0 \quad \text{mit} \quad \alpha_n^4 = \frac{12\rho l^4 \omega_n^2}{Y h^2} \quad . \quad (2.23)$$

Die Lösung von Gl. (2.23) gestaltet sich dann folgendermaßen:

$$W_n = C_1 \sin \frac{\alpha_n x}{l} + C_2 \cos \frac{\alpha_n x}{l} + C_3 \sinh \frac{\alpha_n x}{l} + C_4 \cosh \frac{\alpha_n x}{l} \quad . \quad (2.24)$$

Die Konstanten $C_1 \dots C_4$ werden durch die Randbedingungen des einseitig eingespannten Cantilevers für:

$$x = 0 : \quad W_n = \frac{dW_n}{dx} = 0 \quad \text{und} \quad x = l : \quad \frac{d^2 W_n}{dx^2} = \frac{d^3 W_n}{dx^3} = 0 \quad (2.25)$$

bestimmt. Die beiden rechten Bedingungen von Gl. (2.25) stellen dabei sicher, dass am

frei schwingenden Ende des Cantilevers keine Biege- und Scherkräfte wirken. Durch die Ersetzung $x = l$ und trigonometrische Umformungen von Gl. (2.24) folgt:

$$\cos \alpha_n \cosh \alpha_n = -1 \quad . \quad (2.26)$$

Die numerische Lösung von Gl. (2.26) ergibt die in Tab. 2.1 aufgeführten Werte, mit deren Hilfe man in Verbindung mit:

$$f_n = \frac{1}{2\pi} \frac{\alpha_n^2 h}{\sqrt{12} l^2} \sqrt{\frac{Y}{\rho}} \quad (2.27)$$

die Eigenfrequenzen der ersten zehn Biegeschwingungen⁹ berechnen kann.

Tab. 2.1: Numerische Lösung von Gl. (2.26) für die ersten zehn Eigenwerte.

| n | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 |
|------------|-------|-------|-------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| α_n | 1,875 | 4,694 | 7,855 | 10,996 | 14,137 | 17,279 | 20,420 | 23,562 | 26,704 | 29,845 |

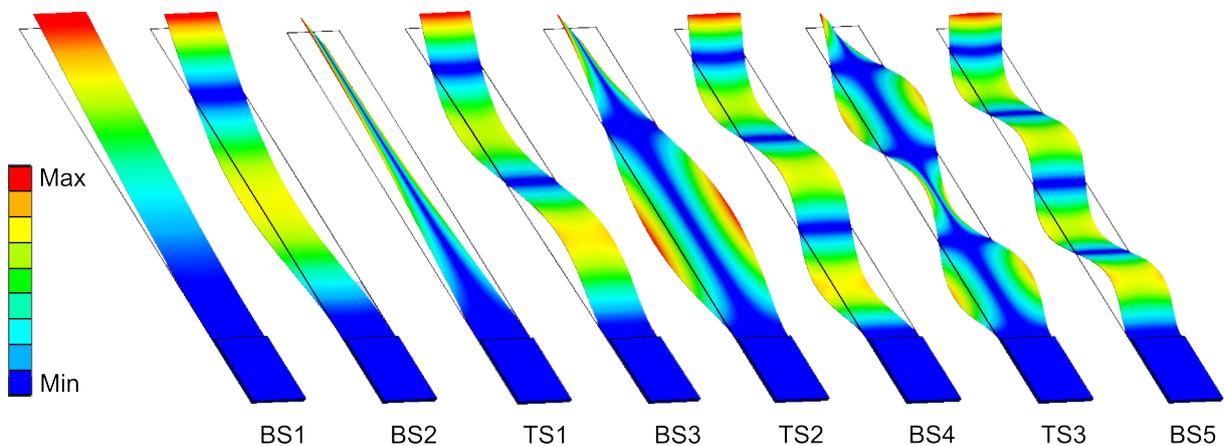


Abb. 2.8: Numerische Simulation der ersten acht Biege- (BS) und Torsionsmoden (TS) eines einseitig eingespannten Cantilevers aus Silizium. Fixiert wird der Cantilever am unteren Ende (quadratische blaue Fläche), so dass dort keine Auslenkung möglich ist. Die Farben repräsentieren die Auslenkung von **Blau** (minimale Auslenkung) bis **Rot** (maximale Auslenkung). Der dünne, **schwarze** Rahmen markiert die Ruhelage des Cantilevers.

Neben Biegeschwingungen zeigt ein Cantilever auch Torsionsschwingungen¹⁰ (siehe Abb. 2.8). Reine Torsionsschwingungen zeigen im Gegensatz zu Biegeschwingungen keine Stauchung oder Streckung, sondern nur die Scherung des Materials. Unter der Maßgabe, dass

⁹Im Folgenden als „Biegemoden“ bezeichnet.

¹⁰Im Folgenden als „Torsionsmoden“ bezeichnet.

die Breite b viel größer als die Dicke h ist, gibt Berry [57] für die Abschätzung der Torsionsfrequenzen folgenden Zusammenhang an:

$$f_n \cong \frac{nh}{2bl} \sqrt{\frac{G}{\rho}} \quad . \quad (2.28)$$

Anders als bei Biegeschwingungen spielt der Schermodul G die entscheidende Rolle. Außerdem nimmt n nur ungeradzahlige Vielfache von eins an. Für eine möglichst gute Separierung aller Torsions- und Biegefrequenzen liefert der Vergleich von von Gl. (2.27) und (2.28) das Verhältnis h/b , das beim Design von Cantilevern entsprechend gewählt werden muss. Anderenfalls kann es zu resonanten Kopplungen zwischen Biege- und Torsionsmoden kommen, die eine Verlustbestimmung an den betroffenen Moden erschweren oder sogar unmöglich machen. Abb. 2.8 zeigt exemplarisch die ersten acht aufeinander folgenden (von links nach rechts) resonanten Moden eines einseitig eingespannten Cantilevers. Ab der zweiten Mode folgen Biege- (BS) und Torsionsschwingungen (TS) abwechselnd aufeinander.

2.4.3 Schwingungen zylindrischer Substrate

Wie am Beispiel von Cantilevern gezeigt, lässt sich das Spektrum der Resonanzfrequenzen sowohl analytisch, als auch numerisch lösen. Für die Bestimmung der Resonanzfrequenzen wird nahezu ausschließlich auf die Finite-Elemente-Simulation mit ANSYS [58] zurückgegriffen. Mit Hilfe eines Modells in der Geometrie der realen Probe, den entsprechenden elastischen Konstanten im C_{ijkl} -Tensor¹¹ und der Dichte des Materials ist bei Verwendung angepasster¹² finiter Elemente die Berechnung der in Abb. 2.9 dargestellten Modenformen und der dazugehörigen Resonanzfrequenzen möglich.

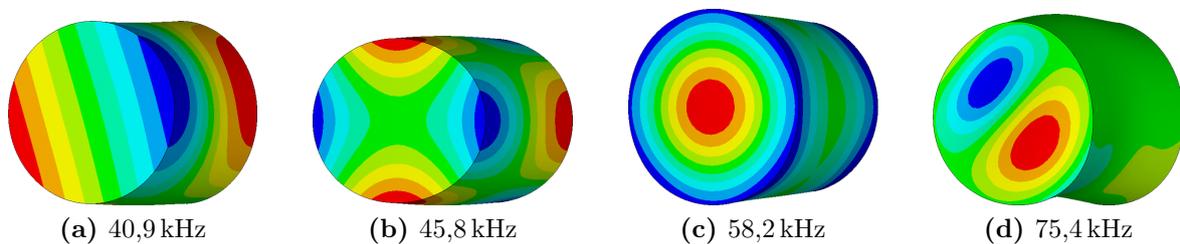


Abb. 2.9: Visualisierung ausgewählter Modenformen eines in $\langle 100 \rangle$ -Richtung gefertigten Siliziumsubstrats ($\varnothing 76,2 \text{ mm} \times 75 \text{ mm}$). Farblich kodiert entsprechen die Farben eine Bewegung in Zylinderrichtung. **Rot** entspricht der max. Auslenkung aus der Bildebene heraus und **blau** in diese hinein. Alle **grün** eingefärbten Bereiche verharren in Ruhe und bieten sich prinzipiell als Aufhängungs-/Lagerstellen an. Die Moden a und b bezeichnet man als „Butterfly“-Moden, c als „Drum“-Mode.

¹¹Kristallstrukturabhängig ändert sich die Anzahl der unabhängigen Elemente für anisotrope Proben.

¹²Die Elemente unterscheiden sich u.a. danach, ob die Probe isotrop oder anisotrop ist.

3 Mechanische Verlustprozesse in Festkörpern

Die Deformation von realen Festkörpern geht immer mit Verlusten einher, die irreversibel sind. Damit sind diese Prozesse maßgeblich für die Dissipation von Schwingungsenergie verantwortlich [42]. Grundsätzlich wird dabei nach intrinsischer und extrinsischer Ursache unterschieden. Bei den intrinsischen Verlustprozessen unterteilt man wiederum die Prozesse, die für den idealen und realen Festkörper von Bedeutung sind.

3.1 Intrinsische Verlustprozesse

3.1.1 Thermoelastische Dämpfung

Thermoelastische Dämpfung wird durch lokale Volumenänderungen¹, die über den linearen thermischen Ausdehnungskoeffizienten zu Temperaturänderungen führt, verursacht. Findet im einfachsten Fall die Biegung eines Stabes statt, so erfolgt sowohl eine Stauchung wie auch eine Streckung an gegenüberliegenden Stellen des Stabes. In den gestreckten Bereichen kühlt sich der Festkörper ab (blaue Färbung in Abb. 3.1), in den gestauchten Bereichen kommt es zu einer Erwärmung (rote Färbung in Abb. 3.1). Auf diese Art und Weise ergeben sich Temperaturgradienten, die sich über Wärmeströme ausgleichen. Da sich die Temperaturverteilung periodisch mit der Schwingungsfrequenz ändert, führen diese Wärmeströme zu einer Umwandlung von Schwingungs- in thermische Energie und somit zu einem Anstieg der Entropie. Für den daraus resultierenden mechanischen Verlust ϕ_{TE} eines longitudinal schwingenden Zylinders ergibt sich nach Landau [59]:

$$\phi_{TE} = \frac{\kappa T \alpha^2 \rho \omega}{9C_v^2} \quad , \quad (3.1)$$

wobei κ die thermische Leitfähigkeit, T die Temperatur, α der lineare thermische Ausdehnungskoeffizient, ρ die Dichte des Materials, ω die Kreisfrequenz und C_v die spezifische

¹Diese kann durch Stauchung (Erwärmung) oder Streckung (Abkühlung) von Material verursacht werden.

Wärmekapazität ist.

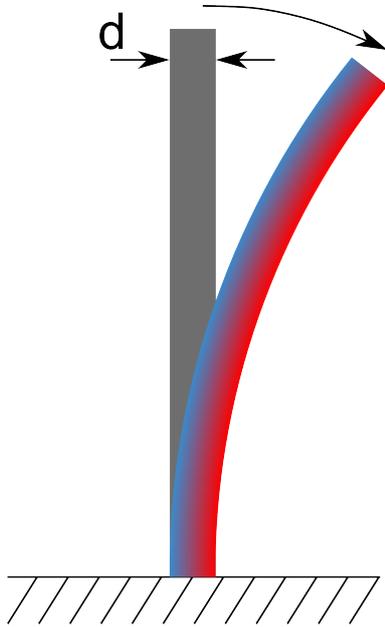


Abb. 3.1: Auswirkung der Biegung eines einseitig eingespannten Balkens auf dessen Temperaturverteilung als Ursache für thermoelastische Dämpfung. Im ungebogenen Zustand (grau dargestellt) befindet sich das gesamte Volumen des Balkens im thermischen Gleichgewicht. Im ausgelenkten Zustand erfahren die rot eingefärbten Bereiche aufgrund der Stauchung des Materials eine Erwärmung, die blauen Bereich aufgrund der Streckung eine Abkühlung. Die Größe d entspricht der maximalen Ausdehnung des Temperaturgradienten zwischen gestauchter und gestreckter Seite.

Für die Berechnung des thermoelastischen Verlustes einer bekannten, aber beliebig geformten Geometrie und Modenform gilt es nach Bishop [60] und Heinert [61,62] die Volumenänderung im Falle einer Deformation z.B. mit ANSYS [58] oder COMSOL [63] numerisch zu berechnen. Mit Hilfe der erhaltenen Werte lässt sich die Wärmeleitungsgleichung:

$$C_v \dot{T} = \kappa \nabla^2 T - \alpha_{ij} \dot{\sigma}_{ij} T_0 \quad , \quad (3.2)$$

mit der spezifischen Wärmekapazität C_v , der Temperatur T , der Wärmeleitfähigkeit λ , dem thermischen, linearen Ausdehnungskoeffizienten α und der Spannungsverteilung $\dot{\sigma}_{ij}$ lösen.

Eine Möglichkeit zur Berechnung des thermoelastischen Verlustes einer gegebenen Geometrie bietet die Berechnung der Entropieerhöhung im System. Unter der Annahme, dass die Umwandlung der Schwingungsenergie adiabatisch in eine Erhöhung der Entropie erfolgt, geht man davon aus, dass Wärmemengen dQ zwischen zwei infinitesimalen Volumina unterschiedlicher Temperatur ausgetauscht werden. Die Summe der Entropieänderung ergibt sich folglich aus der Entropieänderung der einzelnen Volumina. Nach Umformung und der Vereinfachung, dass die Temperaturänderung zwischen zwei benachbarten Volumina klein ist (d.h. $T \rightarrow T_0$ als mittlere Temperatur), ergibt sich für die Entropieänderung:

$$\dot{S} = \frac{1}{T_0^2} \int \lambda_{ij} T_{,i} T_{,j} dV \quad . \quad (3.3)$$

Die Energie ΔE , die durch eine Entropieänderung dissipiert wird, folgt aus dem Integral über $dE = T_0 dS$ zu

$$\Delta E = \frac{\pi}{\omega} \frac{1}{T_0} \int \lambda (\nabla T)^2 dV \quad . \quad (3.4)$$

Das Einsetzen des erhaltenen Ergebnisses in Gl. (2.9) für die Definition des mechanischen Verlustes anhand der dissipierten Energie ΔE , führt zum resultierenden thermoelastischen Verlust ϕ :

$$\phi_{TE} = \frac{1}{2\pi} \frac{\Delta E}{E} = \frac{1}{2\omega T_0 E} \int_V \lambda (\nabla T)^2 dV \quad . \quad (3.5)$$

Gl. (3.5) lässt sich für den Fall zylindrischer Proben und longitudinaler Schwingungsmoden in eine einfachere Form bringen, die bereits 1940 von Zener [64] angegeben wurde:

$$\phi_{TE} = \frac{ET\alpha^2}{\rho C_v} \frac{\omega\tau}{1 + \omega^2\tau^2} \quad . \quad (3.6)$$

Der Ausdruck für τ ändert sich abhängig von der Querschnittsfläche des schwingenden Systems und der Schwingungsrichtung (transversal, longitudinal) zu:

$$(a) \quad \tau = \frac{\rho C d^2}{\pi^2 \kappa} \quad ; \quad (b) \quad \tau = \frac{\rho C r^2}{4, 32 \pi \kappa} \quad . \quad (3.7)$$

(a) gilt für einen rechteckigen und (b) für einen kreisförmigen Querschnitt, wobei es sich jeweils um transversale Schwingungen handelt. Den Parametern d bzw. r entsprechen an dieser Stelle die geometrischen Ausdehnungen, über deren Länge die thermischen Gradienten bestehen. Die maximale Dämpfung lässt sich demnach beobachten, wenn die Relaxationszeit τ vergleichbar zur Periodendauer der Schwingung wird.

Reine Scherschwingungen, wie sie am Beispiel der Torsionsschwingungen von Cantilevern in Abschnitt 2.4.2 eingeführt wurden, führen zu keinen Volumenänderungen und erfahren deshalb keine thermoelastische Dämpfung. Diese Schwingungsmoden eignen sich daher besonders, um Informationen über andere Dämpfungseinflüsse zu erhalten, die anderenfalls durch die thermoelastische Dämpfung überdeckt wären.

3.1.2 Phonon-Phonon-Wechselwirkung

Ein weiterer fundamentaler Dämpfungsprozess, der auf die Wechselwirkung zwischen Schallwellen im Festkörper und Phononen zurückzuführen ist, wird als Phonon-Phonon-Wechselwirkung [42] bezeichnet. Unter der Bedingung, dass die Schallwellenlänge signifikant größer als die freie Weglänge der thermischen Phononen ist, kommt es zu einer lokalen Veränderung der Phononenfrequenzen, was zu einer Änderung der Phononenverteilung führt. Die Rückkehr der Verteilung zum Gleichgewichtszustand führt zu einem Entropieanstieg und folglich zur Dissipation von Schwingungsenergie. Durch Untersu-

chungen an Quarz fanden Bömmel et al. [65] für den durch Phonon-Phonon-Dämpfung verursachten Verlust ϕ_{ph-ph} :

$$\phi_{ph-ph} = \frac{CT\hat{\gamma}^2}{\rho\nu^2} \frac{\omega\tau_{ph}^*}{1 + (\omega\tau_{ph}^*)^2} \quad . \quad (3.8)$$

$\hat{\gamma}$ repräsentiert den effektiven Grüneisenparameter² und damit die Anharmonizität der Gitterschwingungen, τ_{ph}^* die mittlere Phononenlebensdauer und ν die Schallgeschwindigkeit im Kristall. Die Phononenlebensdauer folgt aus der Wärmeleitfähigkeit κ zu:

$$\kappa \approx \frac{1}{3}C\rho\nu\tau_{ph}^* \quad . \quad (3.9)$$

Das Modell verliert aber zusehends an Gültigkeit, wenn die geometrischen Abmessungen der Probe Einfluss auf die Wärmeleitfähigkeit zeigen, d.h. die Phononenlebensdauer geometriebedingt limitiert wird.

3.1.3 Phonon-Elektron-Wechselwirkung

Nach Mason [46] können Phonon-Elektron-Wechselwirkungen (PEW) ein unteres Limit für den minimal erreichbaren mechanischen Verlust verschiedener Materialien darstellen. Die im Substrat angeregten Gitterschwingungen führen unter anderem zu Oszillationen der im Festkörper befindlichen Ionen [42]. Die damit verbundene Feldänderung zwingt Elektronen dazu, sich zu bewegen. Da für das „Elektronengas“ eine Viskosität angenommen werden kann, findet ein Impulsaustausch zwischen den sich unterschiedlich schnell bewegenden Schichten statt, wodurch Schwingungsenergie dissipiert wird. Für die durch die Wechselwirkung zwischen Phononen und freien Elektronen verursachte Dämpfung einer longitudinalen Substratschwingung ergibt sich:

$$\phi_{PE} = \frac{8}{15} \frac{\epsilon_F m_e \sigma \omega}{\rho \nu^2 e^2} \quad , \quad (3.10)$$

wobei ϵ_F die Fermienergie, m_e die Elektronenmasse, σ die elektrische Leitfähigkeit, ρ die Dichte ν die Schallgeschwindigkeit und e die Elementarladung ist.

Besonders bei metallischen Materialien, die sich durch eine hohe Leitfähigkeit σ auszeichnen, spielt dieser Effekt eine Rolle. Auch wenn die elektrische Leitfähigkeit bei Halbleitern normalerweise um bis zu zehn Größenordnungen unter der von Metallen liegt, könnte bei entsprechend hoher Dotierung die PEW ein begrenzender Faktor werden.

Im Rahmen dieser Arbeit fanden, wie bereits gezeigt wurde, optische Detektionsverfahren Anwendung. Da die Absorptionskante z.B. von Silizium bei ca. 1,1 eV [39] liegt, die

²Dieser dient im Allgemeinen als Fitparameter für die Beschreibung experimenteller Ergebnisse.

Energie von sichtbarem Licht also größer ist, kommt es neben den thermisch angeregten Elektronen im Leitungsband zusätzlich zur Generierung freier Ladungsträger im Substrat bzw. an der Substratoberfläche. Abhängig vom Material der Probe, deren Größe und weiteren Faktoren, kann der beschriebene Effekt zu einer signifikanten Beeinflussung der zu messenden mechanischen Verluste führen [66]. Eine Veränderung der Wellenlänge der verwendeten Lasermodule³ bzw. Laservibrometer⁴ ist aber aufgrund der Sensitivität der verwendeten Fotodioden nur in Grenzen möglich.

3.1.4 Thermisch aktivierte Verlustprozesse

Im Gegensatz zur thermoelastischen Dämpfung und Phonon-Phonon-Wechselwirkung handelt es sich bei thermisch aktivierten Defektprozessen um Vorgänge, von denen nur reale Festkörper betroffen sind. Die beiden für diese Arbeit wichtigsten Mechanismen sind zum einen die spannungsinduzierte Bewegung von Verunreinigungen und zum anderen die Bewegung von Versetzungen im Festkörper. Die Ursache für die Dissipation von Schwingungsenergie durch Verunreinigungen kann man sich so veranschaulichen, dass das energetische Potential, welches bestimmt, wo sich diese im Festkörper befinden, durch die periodische Verformung der Probe eine „Verkipfung“ erfährt. Im spannungsfreien Zu-

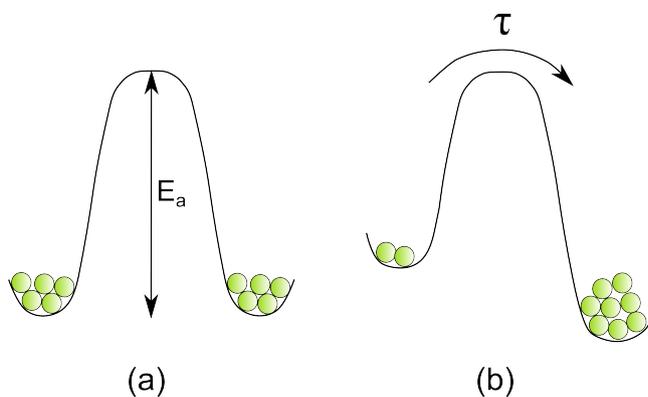


Abb. 3.2: Schematische Darstellung der Potentialverformung und Besetzungsänderung durch mechanische Spannung im Festkörper. (a) - Potentialverlauf im Gleichgewichtszustand, (b) - Verschiebung des Potentialverlaufs beim Anlegen einer mechanischen Spannung.

stand des Potentials ist die Anzahl der besetzten Zustände statistisch verteilt. Die Veränderung des Potentialverlaufs führt zu einer wechselnden Bevorzugung einzelner Zustände, die sich ebenfalls periodisch mit der Schwingungsfrequenz der Probe ändert. Sowohl versetzungs- als auch verunreinigungsbedingte Verlustvorgänge zeigen eine charakteristische Temperaturabhängigkeit. Diese äußert sich derart, dass die Temperatur T_0 , bei der der maximale Verlust zu verzeichnen ist, mit zunehmender Resonanzfrequenz ebenfalls steigt (siehe Abschnitt 4.3.2). Die genannten Prozesse folgen einem Exponentialgesetz, dem sogenannten Arrhenius-Gesetz [67]:

³Zur Verfügung standen verschiedene Laser mit Wellenlängen zwischen 405 und 1550 nm.

⁴Besonders bei diesem kommerziellen Gerät war ein Umbau ausgeschlossen und hätte die Neuanfertigung eines derartigen Gerätes unter Umständen notwendig gemacht.

$$\tau = \tau_0 \cdot e^{\frac{E_a}{k_B T}} \quad . \quad (3.11)$$

τ_0 entspricht einer Relaxationskonstante, E_a der Aktivierungsenergie, k_B der Boltzmannkonstante und T der Temperatur. Unter der Annahme, dass für $\omega\tau = 1$ der maximale Verlust zu erwarten ist, trägt man den natürlichen Logarithmus der Kreisfrequenz ω über dem Inversen der Temperatur T_0 auf und erhält eine Gerade. Aus dem Anstieg der Geraden lässt sich E_a und aus dem Schnittpunkt mit der Ordinate τ_0 ermitteln.

Ein wichtiges Unterscheidungsmerkmal zwischen verunreinigungs- und versetzungs-basierten Prozessen ist die Form des Verlustverlaufs in Abhängigkeit der Temperatur. Während sich der Verlauf der verunreinigungs-basierten Verluste durch einen einzelnen Debye-Peak mit der Relaxationsstärke Δ :

$$\phi = \Delta \frac{\omega\tau}{1 + (\omega\tau)^2} \quad (3.12)$$

beschreiben lässt, zeichnet sich nach [38] der versetzungs-basierte Prozess durch eine Verteilung einzelner Debye-Peaks zu einem vergleichsweise breiten Verlustanstieg, dem sogenannten Bordoni-Peak [38] aus. Der Bordoni-Peak erscheint sowohl bei ein- wie auch in polykristallinen Materialien⁵, die mechanisch bearbeitet wurden. Im Gegensatz zu den verunreinigungs-basierten Verlusten, lässt sich die Höhe der maximalen Verlustes durch gezieltes Tempern der Probe minimieren oder sogar eliminieren.

3.2 Extrinsische Verlustprozesse

3.2.1 Oberflächenverluste

In Abschnitt 2.3 wurde bereits darauf eingegangen, dass mechanische Resonatoren nicht zwangsläufig durch einen einzelnen Verlustprozess bedämpft werden. Beobachtungen [3, 24] legen nahe, dass oberflächennahe Schichten einen entscheidenden Einfluss auf den minimal erreichbaren Verlust haben können. Es wird davon ausgegangen, dass sich die Eigenschaften oberflächennaher Bereiche von denen des reinen Bulkmaterials unterscheiden. Oberflächenbelegungen adsorbierter Materialien, offene chemische Bindungen, Oberflächenrauheit oder Gitterstörungen kommen als Ursache in Betracht. Unterscheidet man folglich zwischen reinem Material- und Oberflächeneffekt, so lässt sich der gemessene Verlust ϕ nach Gretarsson [68] wie folgt darstellen:

⁵Beobachtet wurden das Verhalten erstmals an kaltverformten Metallen Ende der 1940er Jahre.

$$\phi = \phi_{bulk} \left(1 + \mu \frac{d_s}{V/S} \right) \quad . \quad (3.13)$$

ϕ_{bulk} verkörpert den reinen Materialverlust, d_s die Dicke der zusätzlich verlustbehafteten Randzone, S/V das sogenannte Oberflächen-Volumen-Verhältnis⁶ und μ einen numerischen Faktor, der von der Geometrie der Probe und der Modenform der untersuchten Schwingung abhängt. d_s wiederum lässt sich schreiben als:

$$d_s = \frac{1}{\phi_{bulk} Y_{bulk}} \int_0^h \phi(x) Y(x) dx \quad , \quad (3.14)$$

wobei Y_{bulk} der Elastizitätsmodul des Substratmaterials und $\phi(x)$ bzw. $Y(x)$ die Verteilung des mechanischen Verlustes bzw. Elastizitätsmoduls in der Randschicht der Dicke h ist. Für allgemeine Betrachtungen formuliert sich μ wie folgt:

$$\mu = \frac{V \int \int_S \epsilon^2(\vec{r}) d^2r}{S \int \int \int_V \epsilon^2(\vec{r}) d^3r} \quad . \quad (3.15)$$

Die Verformung ϵ kann numerisch mit Hilfe von Finite-Element-Methoden berechnet und Gl. (3.15) für eine gegebene Geometrie und Resonanz gelöst werden. Unter der Annahme, dass es sich um die transversale Schwingung eines Schwingers rechteckigen Querschnitts (Länge l , Dicke d) handelt, vereinfacht sich μ zu [69]:

$$\mu = \frac{3 + d/l}{1 + d/l} \quad . \quad (3.16)$$

Für dünne Oszillatoren vereinfacht sich μ zu einem konstanten Faktor drei, wodurch sich Gl. (3.13) in Verbindung mit der Vereinfachung $\alpha_s = \phi_{bulk} d_s$ wie folgt schreiben lässt:

$$\phi = \phi_{bulk} + 3\alpha_s \frac{S}{V} \quad . \quad (3.17)$$

3.2.2 Substrataufhängung

Als wesentlicher Bestandteil des experimentellen Aufbaus spielt die Aufhängung eine entscheidende Rolle. Im Fall der Verlustmessung an zylindrischen Substraten hat sich die Aufhängung in Form einer Schlaufe aus einem Material mit möglichst niedrigem Eigenverlust als besonders geeignet herausgestellt. So findet diese Variante z.B. auch in Gravitationswellendetektoren [70] in leicht abgeänderter Variante als optimale Aufhängung Verwendung.

Trotz sorgfältiger Wahl und Behandlung ihrer Materialien, zeigen dünne Fasern und

⁶engl.: surface-to-volume ratio.

Drähte aus verschiedensten Gründen höhere mechanische Verluste als das Bulkmaterial, aus dem sie bestehen. Neben dem Verlust des Bulkmaterials zeigen sich z.B. Oberflächenverluste⁷ und thermoelastische Verluste. Wegen Gl. (3.6), Gl. (3.7) und $\omega\tau = 1$ verschiebt sich die Frequenz des Maximums des thermoelastischen Verlustes gegenüber den Substraten in Bulkgeometrie. Dadurch liegt bei vergleichbaren Frequenzen von Aufhängung und Bulksubstrat prinzipiell eine höhere thermoelastische Dämpfung der Aufhängung vor. Dies gilt natürlich nicht, wenn der lineare, thermische Ausdehnungskoeffizient des Aufhängungsmaterials zu Null wird, wie es z.B. für Silizium bei 18 und 122 K der Fall ist oder aber von der Kompensation thermoelastischer Verluste Gebrauch gemacht wird [71–73]. Eine speziell angepasste Spannung in der Aufhängung kann unter Umständen dazu genutzt werden, den Beitrag der thermoelastischen Dämpfung zu minimieren. Dies setzt aber voraus, dass entweder die Masse des zu untersuchenden Substrats oder der Durchmesser des Aufhängungsmaterials beliebig variiert werden kann.

Messungen an Fasern aus Fused Silica [68] zeigten bei einer Spezialbehandlung der Faseroberfläche minimale Verluste von $\phi_{FS} = 3 \times 10^{-8}$, die von 50 μm dünnem Wolframdraht ca. $\phi_W \approx 3 \times 10^{-6}$. Trotz der vergleichsweise geringen Verluste liegen diese Werte um bis zu vier Größenordnungen über minimal gemessenen Bulkverlustwerten [42]. Ansätze dafür, warum sich der niedrigere mechanische Verlust einzelner Materialien in einer Schlinge „höheren“ Verlustes messen lässt, gibt es mehrere. Der erste betrifft den sogenannten „dilution factor“⁸. Hierbei wird davon ausgegangen, dass sich die in der Aufhängung gespeicherte Energie im wesentlichen in zwei Anteile aufteilt. Ein Teil umfasst die im Gravitationsfeld der Erde gespeicherte Energie, die aufgrund ihres konservativen Charakters aber nicht dissipiert werden kann. Der andere Teil beinhaltet die Biegung des Drahtes und damit auch den einzig dissipativen Anteil. Das Verhältnis aus gravitativer Energie E_{grav} zu Biegeenergie E_{wire} wird als „dilution factor“ [71] bezeichnet und erreicht je nach Material und Dicke Werte bis 10^4 [74]. Multipliziert man das Inverse dieses Faktors mit den gemessenen Drahtverlusten, so liegen die zuvor genannten Bulkverluste im Bereich des Erreichbaren. Die wichtigste Randbedingung der gemachten Annahme ist aber, dass die Frequenzen, mit denen sich das Aufhängungsmaterial biegt, so niedrig sind, dass die Trägheit der Aufhängung die Biegung nicht beeinflusst. Da dies in der vorliegenden Arbeit nicht zufriedenstellend gegeben war, muss es noch weitere Ansätze für die Erklärung geben.

Nach Braginsky [42] setzt ein zweiter Ansatz voraus, dass aufgrund der von Null verschiedenen Querkontraktionszahl, longitudinale Schwingungen im Substrat zu transversaler

⁷Oberflächenverluste werden z.B. durch die Rauheit der Oberfläche und Mikrorisse verursacht (siehe vorherigen Abschnitt).

⁸engl. für „Verdünnungsfaktor“

Bewegung in der Ebene führen, in der sich die Aufhängung befindet. Die dort stattfindende Bewegung koppelt Energie in die Aufhängungsfaser⁹, die folglich dissipiert werden kann. Abhängig davon, wieviel Energie in die Aufhängung koppelt, steigt der am Substrat gemessene mechanische Verlust ϕ . Weiterhin wird vorausgesetzt, dass die Bewegung des Drahtes an den Ablösepunkten (siehe Abschnitt 4.2.1) der Bewegung des Substrates entspricht. Nach Braginsky folgt für den minimal erreichbaren mechanischen Aufhängungsverlust ϕ_{susp} :

$$\phi_{susp} = \frac{2\rho_f\nu_f A_f x_{ext}^2}{m\omega x_0^2} \frac{\omega l \phi_{wire}}{\nu_f} \left[1 + \frac{1}{2} \left(\frac{\omega l \phi_{wire}}{\nu_f} \right)^2 - \cos \frac{2\omega l}{\nu_f} \right]^{-1}. \quad (3.18)$$

ρ_f und ν_f sind die Dichte und die Schallgeschwindigkeit des Aufhängungsmaterials, A_f die Faserquerschnittsfläche, x_0 die maximale Auslenkung der resonanten Schwingung, x_{ext} die Auslenkung an den Ablösepunkten des Drahtes von der Substratoberfläche, m die äquivalente Substratmasse, ω die Kreisfrequenz der Schwingung, l die freie Länge des Aufhängungsdrahtes und ϕ_{wire} der mechanische Verlust des Einzeldrahtes. Das Verhältnis von x_0 zu x_{ext} folgt [75]:

$$\frac{x_0}{x_{ext}} = \frac{\pi\nu_0 D}{2L}, \quad (3.19)$$

wobei L und D Substratlänge bzw. -durchmesser und ν_0 die Querkontraktionszahl ist. Der Oberflächenrauheit von Substrat und Aufhängung wird aber auch in diesem Ansatz keine Beachtung beigemessen. In Gl. (3.18) zeigt sich jedoch, dass in erster Linie niedrige mechanische Verluste des Aufhängungsmaterials die wichtigste Voraussetzung ist. Über eine kleine Drahtquerschnittsfläche und damit hohe Spannung im Draht, kurze Drahtlänge, hohe Substratmasse und eine möglichst hohe Frequenz der Longitudinalschwingung lassen sich in Bezug auf diesen Aspekt möglicher Dämpfung die bestmöglichen Ergebnisse erreichen.

3.2.3 Druckdämpfung und Dämpfung im elektrischen Feld

Neben der durch die Aufhängung verursachten Dämpfung, führt auch das stets vorhandene Restgas zu einem zusätzlichen Verlustbeitrag. Um abschätzen zu können, wie groß der Einfluss des verbleibenden Restgases ist, wird angenommen, dass es sich um ein ideales Gas handelt. Nimmt man weiterhin an, dass es sich um eine ruhende, zylinderförmige

⁹Zusätzlich wird angenommen, dass die Energie nur in der Faser, nicht aber in anderen Teilen des Setups dissipiert wird. D.h. die mechanische Impedanz der Faser wird als viel kleiner angenommen, als die der restlichen Aufhängung.

Probe¹⁰ handelt, so finden auf beiden Seiten der Probe statistisch gesehen, gleich viele Stöße mit der Substratoberfläche A statt. Der Nettoimpulsübertrag von den Teilchen auf das Substrat addiert sich folglich zu Null. Bewegt sich das Substrat hingegen mit der Geschwindigkeit v_s in Richtung der Flächennormalen so ergibt sich nach [42] folgende Reibungskraft F_r :

$$F_r = -\frac{1}{4}nA\mu_{gas}\bar{v}_{gas}v_s \quad . \quad (3.20)$$

μ_{gas} und \bar{v}_{gas} entsprechen hierbei der Masse und mittleren Geschwindigkeit der Gasteilchen. Ein Vergleich von Gl. (3.20) mit Gl. (2.13) führt in Verbindung mit $\phi = r/m\omega$ und der Maxwell-Boltzmann-Verteilung [76] auf einen minimal erreichbaren Verlust ϕ :

$$\phi_{pres} = \frac{Ap}{2m\omega_0} \sqrt{\frac{2\mu_{gas}}{\pi k_B T}} \quad . \quad (3.21)$$

Es zeigt sich also, dass die Restgasdämpfung proportional mit dem Druck p und dem Molekülgewicht μ_{gas} des Gases steigt. Im Vergleich sind höhere Frequenzen zudem weniger von Druckdämpfung betroffen als niederfrequente. Interessant ist, dass die Dämpfung bei konstantem Druck p aber fallender Temperatur T steigt. Das bedeutet, dass der Restgasdruck bei 5 K um mehr als eine Größenordnung gegenüber Raumtemperatur gesenkt werden muss, um die gleichen Messbedingungen beibehalten zu können.

Letzter Punkt in der Aufzählung der wichtigsten zu beachtenden Dämpfungsursachen ist die Dämpfung im elektrischen Feld. Der Vorgang des kapazitiven Anregens (siehe Abschnitt 2.4.1) und Auslesens von Substratschwingungen ist nach Braginsky [42] immer mit Dämpfung verbunden. Obwohl vom kapazitiven Ausleseverfahren¹¹ im Rahmen dieser Arbeit kein Gebrauch gemacht wurde, musste sichergestellt werden, dass auch das anregende elektrische Feld keine signifikante Dämpfung hervorruft. Typische Anregespannungen lagen im Bereich von 0 bis 1600 V. Um dass die Frequenz der Substratschwingung genau¹² der Frequenz des elektrischen Feldes entspricht [48], ist eine genau um den Faktor 1/2 kleinere Biasspannung notwendig. Im Fall maximaler Anregespannung liegt dieser Wert bei immerhin 800 V. Die hierdurch verursachte Dämpfung hängt von Parametern wie dem Abstand zwischen Probe und Anregestruktur, der Fläche der Struktur, der Biasspannung, der Masse der Probe, der Frequenz usw. ab. Eine ausführliche Analyse einer möglichen dämpfenden Wirkung und sowie die Optimierung der entsprechenden Parameter wurde bereits durch Nawrodt [4] durchgeführt und soll nicht weiter vertieft werden.

¹⁰In diesem Fall findet die Dicke der Probe keine Beachtung.

¹¹Für diesen Fall ist die Abschätzung der Dämpfung nach Braginsky ausgelegt.

¹²Liegt eine zur Null symmetrische Anregespannung vor, so regt ein mit der Frequenz f oszillierendes elektrisches Feld eine Substratschwingung bei genau der doppelten Frequenz an. Oszilliert die Spannung nur zwischen Null und einem Maximalwert, stimmen Anrege- und Schwingungsfrequenz überein.

4 Verlustmessungen an Bulkmaterialien

Die genaue Kenntnis über das Auftreten verschiedener Verlustmechanismen erlaubt es, eine gezielte Materialauswahl für entsprechende Anwendungen zu treffen, um so bestmögliche Voraussetzungen für ultrapräzise Messtechnik zu schaffen. Als Träger optischer Funktionsschichten bzw. Abstandhalter zwischen den Spiegeln eines hochstabilen Referenzresonators spielen verlustarme Materialien für das Erreichen niedriger Rauschlevel eine wichtige Rolle. Ein großer Vorteil der Untersuchung von Testmassen mit Abmessungen im Bereich einiger Zentimeter ist, dass sich daraus Aussagen über das Verhalten des reinen Bulkmaterials¹ treffen lassen.

4.1 Materialauswahl und Probenpräparation

In die Auswahl der Proben wurden unterschiedliche Kriterien einbezogen. Die geringsten mechanischen Verluste und damit die größte Empfindlichkeit auf z.B. versetzungs- und verunreinigungsbedingte Verlustprozesse wurden an Proben mit mehreren Zentimetern Durchmesser und Länge durch McGuigan et al. [49] gemessen. Außerdem zeigen auch mehrere hundert bis tausend Kilogramm schwere Zylinder aus Aluminium und Niob, wie sie in Resonanzmassendetektoren [77] eingesetzt werden, niedrige mechanische Verluste. Dafür werden die Zylinder auf Temperaturen zwischen 0,1 und 2 K gekühlt.

Bei den im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Proben, handelt es sich um zylinderförmige, einkristalline Silizium-, Saphir- und Calciumfluoridsubstrate (CaF_2) der Kristallorientierungen $\langle 100 \rangle$ und $\langle 111 \rangle$ in Richtung der Zylinderachse. Das Rohmaterial wurde sowohl über die Firma HELMA OPTICS [78, 79] bzw. über SILCHEM [80] beschafft. Alle Substrate wurden bei HELMA OPTICS an den Planflächen und abgesehen von einem Substrat auch auf der zylindrischen Umfangsfläche auf optische Qualität poliert. Dabei betrug der mittlere RMS-Wert 0,2 nm. Die Durchmesser variierten zwischen 50 und 150 mm bei einer Länge zwischen 6 und 200 mm.

Gereinigt wurden die Substrate beginnend mit Chloroform und abschließend mit hochreinem Isopropanol, um sämtliche Rückstände (z.B. Schlieren) von vorherigen Lösungs-

¹Bei geeigneter Wahl der Geometrie lässt sich z.B. der Einfluss der Oberfläche minimieren [53], der bei kleinen Strukturen einen signifikanten Einfluss zeigt.

mitteln zu entfernen und somit oberflächenbedingte Effekte zu minimieren. Auf Aceton wurde weitestgehend verzichtet, da dies, wenn auch nicht zu 100 % reproduzierbar, eine signifikante Zunahme der mechanischen Verluste mit sich brachte.

4.2 Der experimentelle Aufbau

4.2.1 Die Substrataufhängung

Aufgabe einer Aufhängung ist es, das Substrat genau an den Stellen zu halten, an denen die in Abschnitt 2.4 gezeigten Modenformen idealerweise Knotenlinien in der Bewegung haben. Auf diese Art und Weise erfolgt eine Entkopplung der Probe von äußeren mechanischen Einflüssen. Sobald der Draht Kontakt zu bewegten Teilen der Oberfläche hat, wird unweigerlich Energie aus dem Substrat in den deutlich stärker dissipierenden Draht übergehen.

Sämtliche Substrate wurden in Pendelkonfiguration mit Hilfe von Wolframdraht bzw. Seidenfaden aufgehängt [81]. Der Draht oder Seidenfaden wurde, den Schwerpunkt des Substrats unterstützend, um die Umfangsfläche gelegt (siehe Abb. 4.1). Wichtig dabei war, dass die Ablösepunkte des Drahtes von der Oberfläche der Probe oberhalb des Probenschwerpunktes lagen, um eine stabile Lage des Substrats zu ermöglichen. Außerdem musste darauf geachtet werden, dass der Drahtdurchmesser² der resultierenden mechanischen Spannung für den entsprechenden Querschnitt angepasst war. Dies war wichtig, um einen möglichst hohen „*dilution factor*“ in der Aufhängung zu erreichen. Die dabei im Draht auftretende Spannung sollte den Wert von ca. zwei Drittel der am Institut für Materialwissenschaft und Werkstofftechnologie (IMT) der Universität Jena experimentell ermittelten Zerreißspannung von 3,5 GPa nicht überschreiten.

Bei den ersten, zu Beginn der Arbeit verwendeten Aufhängungen wurde der Aufhängungsdraht wenige Zentimeter über dem Substrat gekreuzt und dieser Kreuzungspunkt mit einem Klemmelement (siehe Abb. 4.1 links) fixiert. Die oberen Drahtenden wurden fest an einem rechteckigen Träger befestigt.

Die Wahl anderer Drahtmaterialien wie Chrom-Nickel-Stahl oder Polyaramid (Kevlar [82, 83]) führte zu deutlich erhöhten Verlusten, die auf das Aufhängungsmaterial zurückgeführt werden konnten. Obwohl Kevlar aufgrund seines hohen Elastizitätsmoduls (59 - 120 GPa [83]) und der hohen Zugfestigkeit (2,8 GPa [83]) sehr gut geeignet sein sollte, könnte die Ursache dafür darin begründet sein, dass ein Kevlarfaden, wie er verwendet wurde, aus 70 Einzelfilamenten besteht. Da die Einzelfilamente nicht fixiert sind, sondern parallel

²Zur Verfügung standen Wolframdrähte mit Durchmessern zwischen 25 μm und 150 μm , wobei diese in einer Abstufung von jeweils 25 μm vorlag.

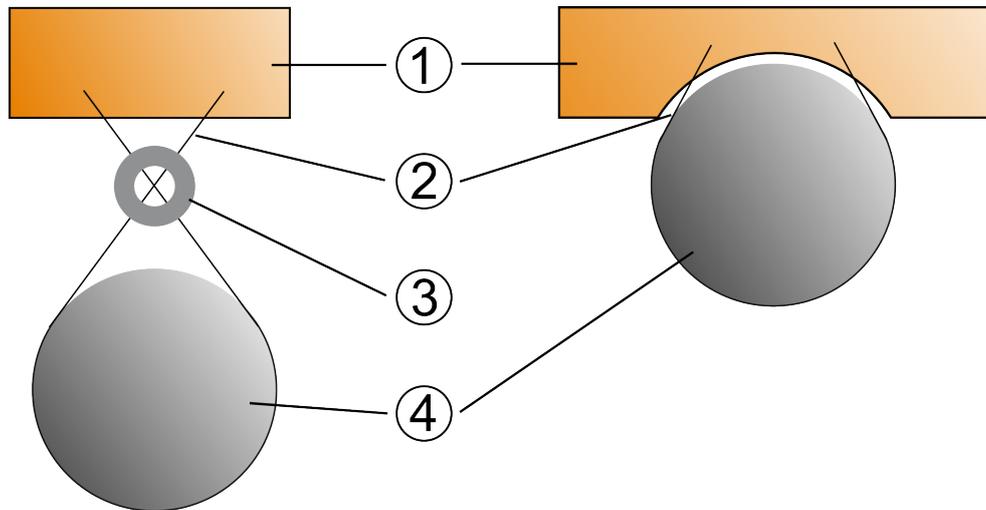


Abb. 4.1: Schematische Darstellung zweier Substrataufhängungen. links - Substrataufhängung mit zusätzlichem Klemmelement oberhalb des Substrats, rechts - geänderte Substrataufhängung mit deutlich verkürzten Aufhängungsdrähten für einen größeren Frequenzabstand der Violinmoden der Aufhängung, 1 - oberer Klemmsteg zur Fixierung der Aufhängungsdrähte im Probenraum, 2 - Aufhängungsdraht der Länge L_1 und L_2 , 3 - Klemmelement, 4 - Substrat zur Verlustmessung.

zueinander liegen, reiben diese aneinander. Dies wiederum führt, verglichen zu den Werten von Wolfram, zu erhöhten Verlusten. Ansätze, nach denen das gegenseitige Reiben durch eine geringe Zugabe von Fett [84–86] reduziert werden soll, konnten nicht erfolgreich reproduziert werden. Verlustmessungen bei Raumtemperatur, die auf diesem Prinzip basierten, führten bei identischen Substraten zu gleichen oder höheren Verlusten, die unter anderem durch die Verunreinigung der Substratoberfläche mit Fett hervorgerufen wurden. Wie nachfolgend noch gezeigt wird (siehe Abschnitt 4.3.5), führen Fettverunreinigungen auf der Substratoberfläche zu breiten Verlustanstiegen im temperaturabhängigen Verlustspektrum. Es gibt Anhaltspunkte dafür, dass bei tiefen Temperaturen ein Phasenübergang im Fett stattfindet. Die dafür notwendige Energie wird der Substratschwingung entzogen und äußert sich im Anstieg der mechanischen Verluste aller Resonanzfrequenzen.

Die vorgestellte Drahtaufhängung stellt in Bezug auf die mögliche Lage von Bewegungsknotenlinien auf den Substraten nicht für alle Eigenmoden die optimale Aufhängung dar. Bei der Lage von Knotenlinien bzw. -punkten in der Mitte von Front- und Endfläche würden z.B. einen punktförmigen Kontakt als sinnvoll erweisen [4, 50, 87]. Diese Art der Substrataufhängung findet u.a. bei Verlustmessungen an beschichteten und unbeschichteten Wafern Verwendung [43, 88, 89]. Da bei diesen Varianten die gesamte Substratmasse von einer winzigen Kontaktfläche³ gestützt wird, führt dies bei hinreichend hoher Substratmasse zu deren mechanischer Beschädigung. Aus diesem Grund wurde von der Nut-

³Die mehrheitlich punktförmigen Kontaktstellen zwischen Substrat und „Aufhängung“ führen zu derart hohen Spannungen im Material, dass dieses nachgibt und Risse bzw. Ausbrüche entstehen.

zung derartiger Substratlagerungen im Rahmen der Arbeit abgesehen und diese hier nicht weiter diskutiert.

Die Optimierung der Aufhängung

Bei mehreren Messungen des mechanischen Verlustes zeigten sich zahlreiche Verlustpeaks (siehe Abb. 4.2) zwischen 5 und 300 K, die die Analyse intrinsischer, vom Substrat selbst stammender Verlustprozesse erheblich erschwerten. Eine Wiederholung der Messung zeigte eine völlig neue Lage und Anzahl der Peak, was zu der Annahme führte, dass es sich um einen Effekt der Aufhängung handeln musste.

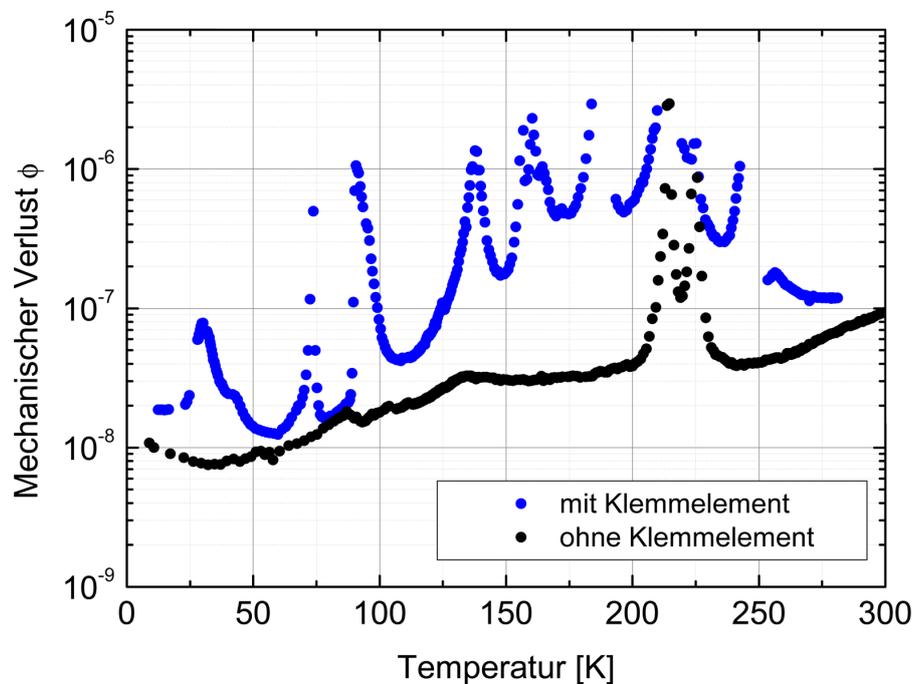


Abb. 4.2: Vergleich des Einflusses der Substrataufhängung auf den gemessenen Gesamtverlust. Die blauen Messpunkte zeigen durch resonante Kopplung zwischen Substrat- und Aufhängungsschwingungen verursachte Peaks über einen weiten Temperaturbereich. Bis auf 2 Peaks zeigen die schwarzen Punkte keine resonante Wechselwirkung zwischen Substrat und Aufhängung.

Ursache der Peaks sind resonante Kopplungen zwischen den Eigenfrequenzen des Substrats⁴ und der Aufhängung. Ausschlaggebend hierfür ist die Temperaturabhängigkeit (siehe Abb. 4.3) der Substrat- und Aufhängungsresonanzen. Der Effekt der Frequenzänderung führte daher in verschiedenen Temperaturbereichen zu zusätzlicher Dämpfung. Dies konnte mit Hilfe einer veränderten Aufhängung (siehe Abb. 4.1 rechts) und durch den Verzicht auf das zusätzliche Klemmelement über der Probe auf ein Minimum reduziert werden. Die oberen Drahtenden wurden dabei in möglichst kurzem Abstand zur

⁴Alle anderen Resonanzfrequenzen zeigten qualitativ das gleiche Verhalten.

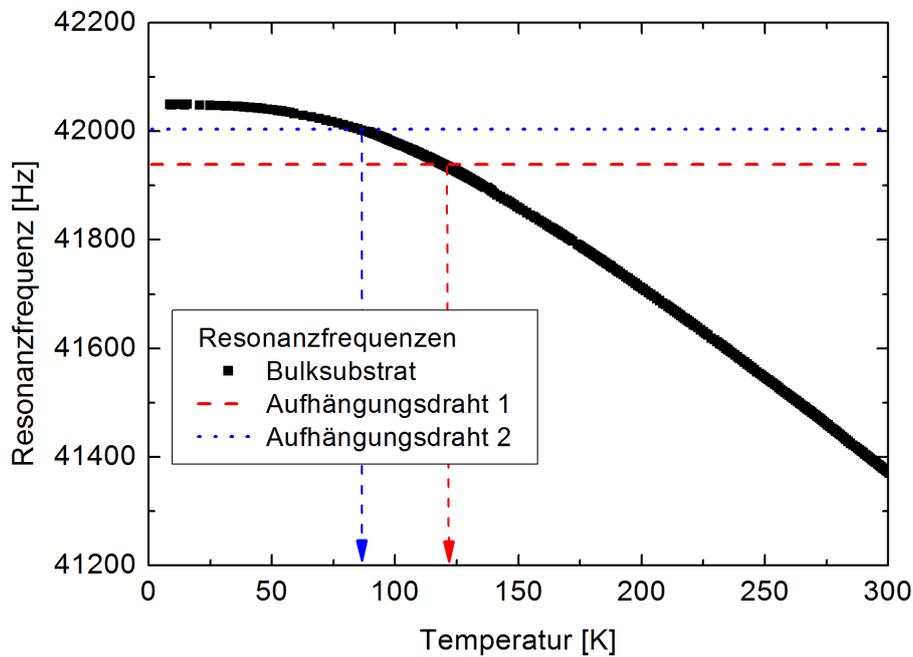


Abb. 4.3: Exemplarischer, temperaturabhängiger Verlauf der Resonanzfrequenzen eines Bulksubstrats und zweier um 0,01 mm unterschiedlich langer Wolframdrähte. Die Resonanzfrequenz des Bulksubstrats ändert sich um 2% zwischen 5 und 300 K. Mit weniger als 0,1% fällt die Frequenzänderung der Aufhängungsdrähte dagegen gering und für alle Betrachtungen vernachlässigbar aus.

Substratoberfläche fixiert. Um dies zu erreichen, wurde eine bogenförmige Ausfräsung in den oberen Querträger eingebracht. Aufgrund der stark verkürzten Aufhängungsdrähte steigt der Frequenzabstand Δf der Drahtresonanzen nach [90] in erster Näherung um:

$$\Delta f = \frac{1}{2L} \sqrt{\frac{\sigma}{\rho_L}} \quad , \quad (4.1)$$

auf ca. 10 kHz an, wobei L die Länge des Wolframdrahtes, σ die Spannung im Faden und ρ_L die Dichte des Materials sind.

Der Doppelpeak, wie er in Abb. 4.2 in der Messkurve ohne zusätzliches Klemmelement zu sehen ist, hat seine Ursache aller Wahrscheinlichkeit nach in der Nichtgleichheit der freien Fadenlängen⁵ oberhalb des Substrats (siehe Abschnitt 4.3.4). Diese Längendifferenz führt in Verbindung mit dem unterschiedlichen temperaturabhängigen Frequenzverhalten von Substrat und Draht dazu, dass beide Drähte bei unterschiedlichen Frequenzen und Temperaturen in Resonanz mit dem Substrat geraten (siehe Abb. 4.3). Dabei wird Energie aus dem Substrat dissipiert, was den gemessenen Verlust um bis zu zwei Größenordnungen ansteigen lässt.

⁵Das ist der Abstand zwischen den Punkten an denen der Draht die Oberfläche des Substrats verlässt und der darüber liegenden Stelle an der er fest geklemmt wird.

Der mechanische Verlust von Wolfram als Aufhängungsmaterial

Um ein Gefühl dafür zu bekommen, wie groß der mechanische Verlust der verwendeten Wolframdrähte⁶ [91] ist, wurden diese mit Hilfe eines separaten Messplatzes untersucht. Dafür wurden die Drähte beidseitig fest eingespannt⁷ und kapazitiv zu harmonischen Eigenschwingungen angeregt (siehe Abschnitt 2.4.1). Das Schwingen wurde mit Hilfe einer geteilten Fotodiode detektiert, wobei der Schatten des Drahtes im Laserspot genau auf den Trennbereich zwischen beiden Dioden gelegt wurde.

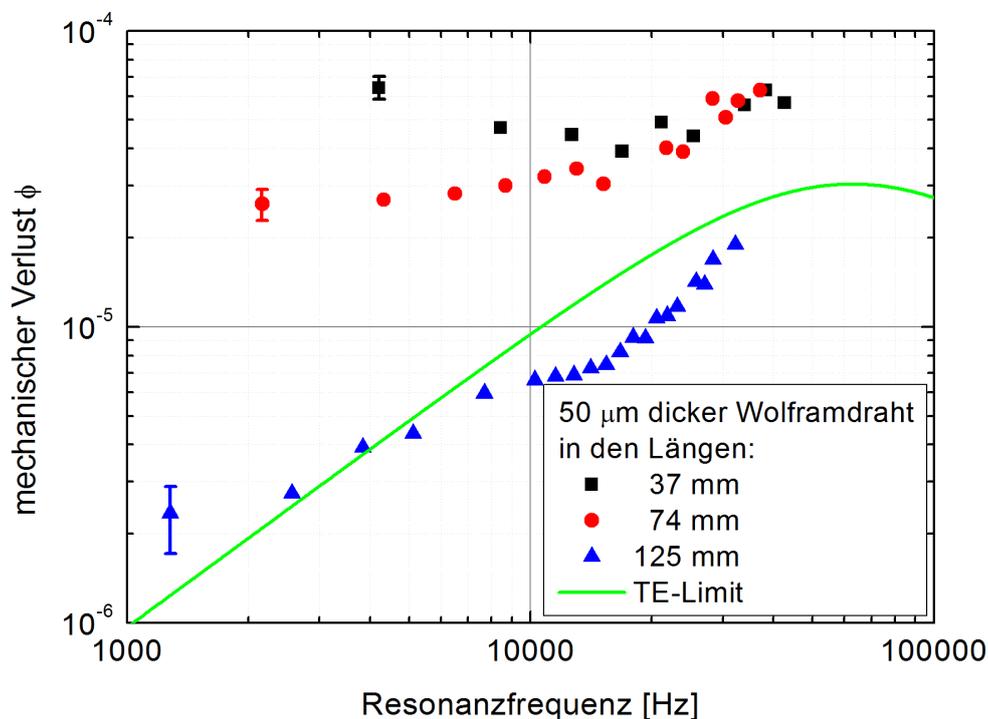


Abb. 4.4: Diagramm zum frequenzabhängigen mechanischen Verlust eines 50 µm dicken Wolframdrahts für drei unterschiedliche Längen zwischen 37 und 125 mm. Auffällig ist, dass die mechanischen Verluste mit zunehmender Drahtlänge sinken und sich an das grün dargestellte intrinsische Limit der thermoelastischen Dämpfung annähern⁷.

Abb. 4.4 zeigt exemplarisch die Ergebnisse der Verlustmessungen an einem 50 µm dicken Draht, dessen Länge zwischen 37 und 125 mm variiert wurde. Auffällig ist, dass der mechanische Verlust, bezogen auf konstante Frequenzen, mit zunehmender Drahtlänge abnimmt. Während sich bei 37 mm Länge nahezu keine Frequenzabhängigkeit zeigt, steigt der Verlust des 125 mm langen Drahtes mit der Frequenz. Zusätzlich unterscheiden sich die Verluste besonders bei den niedrigsten Frequenzen um mehr als einen Faktor 30. Eine

⁶ Alle Wolframdrähte wurden über die Firma ADVENT RESEARCH MATERIALS bezogen.

⁷ Dabei konnte die mechanische Spannung im Draht beliebig aber reproduzierbar bis zur Zerreißspannung variiert werden.

⁷ Das die Messwerte das berechnete Limit unterschreiten, liegt aller Wahrscheinlichkeit an der Ungenauigkeit der verfügbaren thermischen Parameter

mögliche Ursache für den Verlustunterschied könnte z.B. eine größere Anfälligkeit kurzer Drähte auf die Klemmbedingungen⁹ an den Drahtenden sein. Weiterführende Messungen haben gezeigt, dass bei entsprechender Beachtung dieses Sachverhalts, eine Senkung der Verluste um bis zu 70 %, bei gleichbleibender Drahtlänge erreichbar ist. Es zeigt sich außerdem, dass sich die Verluste mit zunehmender Länge an ein intrinsisches Limit angleichen (siehe auch [50]), welches durch die thermoelastische Dämpfung (Abschnitt 3.1.1) gegeben ist. Abhängig von den thermischen Parametern ist davon auszugehen, dass sich der mechanische Verlust von 50 µm dicken Wolframdrähten über einen weiten Temperaturbereich entlang des thermoelastischen Limits bewegt.

Eine weitere Möglichkeit Einfluss auf den mechanischen Verlust des Aufhängungsmaterials zu nehmen, bestand im Vakuumglühen einzelner Drähte. Im Auslieferungszustand war der gesamte Draht auf Spulen mit einem Durchmesser von 2,5 cm gewickelt. Nach dem Abrollen der entnommenen Drahtlänge rollte sich dieser wellenförmig zusammen, was das präzise Positionieren des Drahtes auf dem Substratumfang enorm erschwerte. Aus diesem Grund und zur thermischen Reinigung des Drahtes wurde dieser in einer eigens dafür gebauten Anlage im Vakuum in gestrecktem Zustand fixiert und mit Hilfe eines elektrischen Stroms für wenige Minuten gegläht. Durch dieses Vorgehen konnte der mechanische Verlust der Drähte um etwa 10 % gesenkt sowie der Einbau und die Justage des Substrats erheblich beschleunigt werden.

4.2.2 Der Kryostat

Anforderungen an das Messsystem

Die Untersuchung des temperaturabhängigen mechanischen Verlustes zwischen 5 und 325 K ist messtechnisch an eine Vielzahl von Faktoren gebunden, die es zu beachten gilt. (1) - geringer Restgasdruck $p < 5 \times 10^{-5}$ mbar, (2) - Temperaturstabilität ($\Delta T = \pm 0,1$ K) über Zeitintervalle von mehreren Stunden, (3) - die mechanische Stabilität der Substrataufhängung in Verbindung mit einem gleichbleibenden Abstand zwischen Probe und Antriebsstruktur, (4) - präzise Proben temperaturmessung ohne die Verursachung zusätzlicher Dämpfung.

Für Messungen des mechanischen Verlustes an Bulkmaterialien [92] stand ein eigens für diese Messungen durch die Firma CRYOVAC [93] angefertigter Kryostat zur Verfügung. Die Arbeitstemperatur im Probenraum (Abb. 4.5 (4)) kann zwischen 5 und 325 K variiert werden, wobei die Temperaturregelung von einem LAKESHORE [94] Temperaturregler¹⁰

⁹Verlässt der Draht z.B. beide Klemmstellen nicht parallel zur Oberflächennormalen, so kommt es bei der Belastung des Drahtes zu einem leichten Knick, der die Verluste erhöht.

¹⁰Der Regler regelt hierfür die Leistung (max. 50 W), die über einen Widerstand auf der Unterseite der Experimentierplattform abfällt.

LS 340 übernommen wird. Gekühlt wird der Probenraum durch einen Wärmeübertrager auf der Unterseite der Experimentierplattform. Dieser wird je nach gewünschter Plattformtemperatur von verdampftem flüssig Helium oder Stickstoff durchströmt. Dieses Design bietet die Möglichkeit der thermischen Entkopplung zwischen Experiment und dem Heliumreservoir (Abb. 4.5 No. 8). So ist es z.B. möglich, über einen weiten Temperatur- und Zeitbereich flüssiges Helium im Tank zu halten, ohne dies innerhalb weniger Stunden zu verdampfen, wie es unter Umständen bei einem Badkryostaten der Fall wäre. Wie

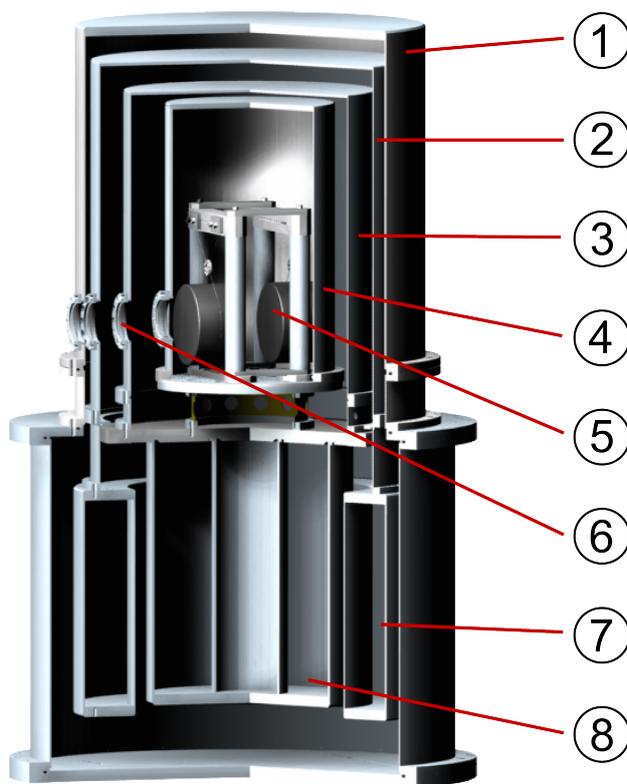


Abb. 4.5: Schematische Darstellung des Kryostaten für Verlustmessungen an Bulksubstraten in einem Temperaturbereich zwischen 5 und 325 K. 1 - Rezipientendeckel, 2 - LN₂-Strahlungsschild, 3 - LHe-Strahlungsschild, 4 - Probenraumdeckel, 5 - Substrate zur Verlust- und gleichzeitigen Temperaturmessung, 6 - optische Durchführungen, 7 - ringförmiger LN₂-Tank, 8 - LHe-Tank.

in den Kryostaten ein- und auszukoppeln, bieten zwei vakuumgedichtete SMA-Faserdurchführungen für den sichtbaren und nahinfraroten Spektralbereich. Mit Hilfe der Faser und der in Abb. 2.6 gezeigten Anordnung bietet sich z.B. die Möglichkeit der Schwingungsdetektion von Mikroantilevern. Umgeben wird der Probenraum vom Helium- und

später gezeigt wird, ist die lange Heliumstandzeit von ca. 36 h essenziell für die Messung niedriger¹¹ Verluste. Auf der anderen Seite gestaltet es sich bei einem abgasgekühlten Kryostaten schwierig, die Proben- temperatur unter die Temperatur des Abgases zu kühlen. Der Probenraum selbst bietet Platz für Experimente bis 30 cm Durchmesser und 50 cm Höhe, bei einem Druck kleiner als 10⁻⁵ mbar. Als äußerst hilfreich hat sich das Tabletop-Design der Experimentierplattform erwiesen. Sämtliche Experimente können aus diesem Grund stehend und nicht kopfüber hängend ausgeführt werden, was die Justage deutlich vereinfacht. Durch vier sich in Reihe befindliche optische Fenster (Abb. 4.5 No. 6) besteht die Möglichkeit, Licht in den Probenraum ein- und wieder auszukoppeln, wie es im Falle der Schwingungsdetektion durch das SIOS-Laservibrometer [51] genutzt wird. Eine weitere Möglichkeit, Licht

¹¹ Abhängig von der Resonanzfrequenz der Probe kommen so schnell mehrere Stunden Abklingzeit zustande, innerhalb derer sich die Temperatur nicht mehr als $\pm 0,1$ K ändern darf.

Stickstoffstrahlungsschild (Abb. 4.5 No. 2 und 3). Den äußeren Abschluss des Kryostaten gegen die Umwelt bildet, wie in Abb. 4.5 No. 1 zu sehen ist, die Rezipientenhaube.

Weiterführende Angaben zum Vakuumsystem bzw. zur Charakterisierung des Kryostaten finden sich in einer dieser Arbeit vorangegangenen Dissertation [4], die sich u.a. mit dem Aufbau und der Inbetriebnahme des Messsystems beschäftigte.

4.3 Untersuchungen an Bulkmaterialien

4.3.1 Hochreines Silizium

Extrem niedrige Verluste an Silizium konnten Ende der 1970er Jahre durch McGuigan et al. [49] gemessen werden. Bei Temperaturen von 2 K erreichten sie Verluste von 5×10^{-10} . Auffällig am temperaturabhängigen Verlauf der Verluste waren zwei signifikante Peaks bei 13 K und 115 K. Zum damaligen Zeitpunkt bestand die Vermutung, dass es sich bei den Verlustpeaks um durch Verunreinigungen und Kristallfehler (z.B. Versetzungen [95–97]) verursachte Prozesse handelt.

Der Sauerstoffgehalt der Proben bei McGuigan lag bei 3×10^{18} Atome/cm³, der Kohlenstoffgehalt bei 8×10^{16} Atome/cm³ und der Dotierungskonzentration mit Bor bei $2,7 \dots 4,5 \times 10^{18}$ Atome/cm³.

Um die Ursache des lokalen Verlustanstiegs bei 115 K zu untersuchen, wurde eine Probe¹² mit ca. 107 mm Durchmesser und 200 mm Länge in (111)-Orientierung an den Planflächen poliert und mit 150 µm dickem Wolframdraht aufgehängt [81]. Der Grund für die ähnliche Geometrie im Vergleich zur erwähnten Messung von McGuigan soll unter anderem ausschließen, dass der minimal erreichbare Verlust z.B. durch ein verändertes Oberfläche-Volumen-Verhältnis (S/V -Verhältnis¹³) begrenzt wird. Veröffentlichungen von Gretarsson, Penn [68,98] und Nawrodt [53] zufolge steigt der oberflächenbedingte Verlust, wenn S/V hinreichend große Werte annimmt, wie es z.B. besonders bei Cantilevern der Fall ist. Neben der Möglichkeit, den Einfluss der Oberfläche durch eine geeignete Wahl des S/V -Verhältnisses zu minimieren, erfuhr der zylindrische Umfang der Probe keine weitere mechanische Bearbeitung. Hintergrund ist, dass jede mechanische Bearbeitung zu zusätzlichen Defekten/Versetzungen in der Oberfläche führt. Die Möglichkeit derart große Substrate ohne zusätzliche Verunreinigung bei 1100 °C zu oxidieren, um Gitterversetzungen auszuheilen und durch anschließendes Abätzen mit Flusssäure die gestörte Schicht zu entfernen, bestand im Rahmen der Arbeit nicht.

Anders als die Geometrie, unterscheidet sich aber der Gehalt an Verunreinigungen bzw.

¹²Wie bei McGuigan wurde der Kristall durch das Czochralski-Verfahren hergestellt.

¹³Engl.: Surface to Volume Ratio.

der gezielten Dotierung mit Bor. Der Borgehalt beträgt $\approx 1 \times 10^{13}$ Atome/cm³, Sauerstoff 4×10^{15} Atome/cm³ und Kohlenstoff $\approx 4 \times 10^{16}$ Atome/cm³. Alle weiteren Verunreinigungen liegen mit einem Anteil $< 10^{15}$ Atome/cm³ vor. Der spezifische elektrische Widerstand lag mit $10 \text{ k}\Omega\text{cm}$ im Vergleich um mehr als drei Größenordnungen höher als bei McGuigan.

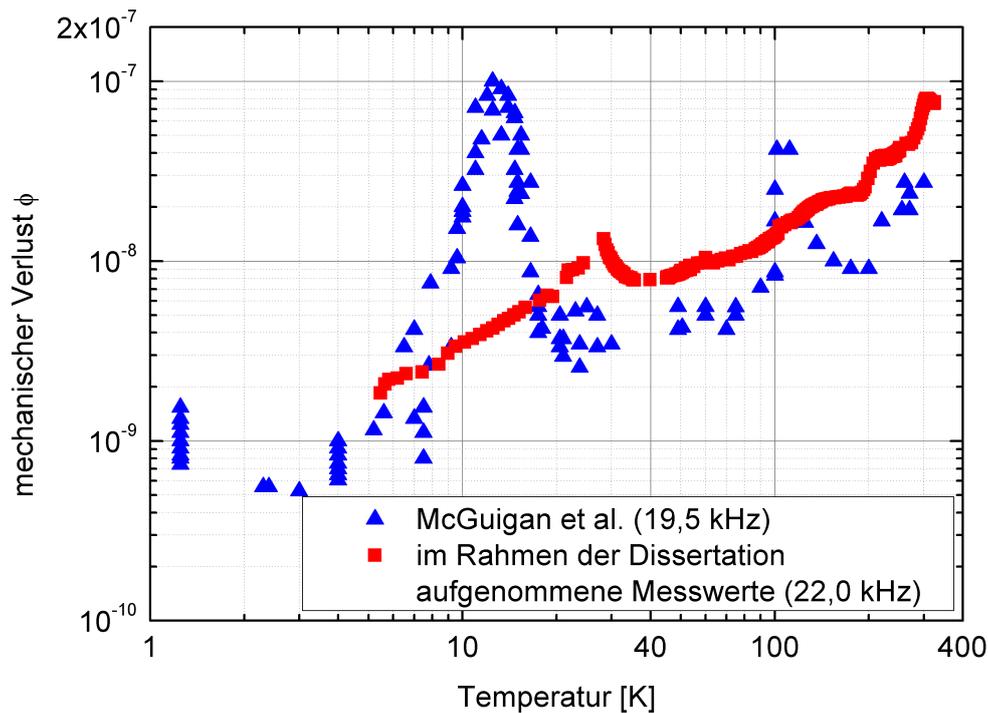


Abb. 4.6: Temperaturabhängiger Vergleich der von McGuigan et al. [49] (Si (111), $\varnothing 106 \text{ mm} \times 229 \text{ mm}$) und im Rahmen dieser Arbeit (Si (111), $\varnothing 110 \text{ mm} \times 200 \text{ mm}$) beobachteten mechanischen Verluste von hochreinem Silizium zwischen 1 und 325 K. Die Ursache für die beiden Anstiege des mechanischen Verlustes bei 13 K und 115 K (blaue Dreiecke) könnten Versetzungen oder Verunreinigungen sein.

Abb. 4.6 zeigt den Vergleich des mechanischen Verlustes zwischen den Werten des hochreinen in Jena gemessenen Substrats und dem durch McGuigan. Auffällig ist der tendenziell gleiche Verlauf bei etwa 300 K startend bis etwa 120 K. Der erste signifikante Unterschied zeigt sich um 115 K. Entgegen den Werte von McGuigan et al. [49] zeigen die aktuellen Messungen keinen Anstieg der Verluste. Den nachfolgend gezeigten Messungen (siehe Abschnitt 4.3.2) zu Folge, liegt die Ursache aller Wahrscheinlichkeit nach am um den Faktor 1000 kleineren Sauerstoffgehalt. Der Verlustanstieg der rot dargestellten Messwerte um etwa 30 K konnte nicht reproduziert werden und könnte daher die Folge einer resonanten Kopplung¹⁴ zwischen Substrat und Aufhängung gewesen sein. Feste Anhaltspunkte für den Verlustpeak bei 13 K existieren zum aktuellen Zeitpunkt nicht.

Die vergleichsweise hohen Verluste bei 300 K lassen sich mit dem Zustand des Substrat-

¹⁴In der Veröffentlichung von McGuigan et al. sind die mechanischen Verluste für nur eine Resonanzfrequenz gegeben. Weiter Moden könnten Aufschluss darüber geben, ob es sich wirklich um eine resonante Kopplung handelt.

umfangs erklären. Der bereits erwähnte, unbearbeitete Probenzylinder lies aufgrund fehlender Mikrorisse zwar niedrigere Oberflächenverluste erwarten, die zuchtprozessbedingte, rillenförmige Struktur gab aber die Position des Aufhängungsdrahtes vor. Mit dieser Randbedingung war es nicht möglich, den Aufhängungsdraht an der optimalen Position¹⁵ auf dem Probenumfang zu platzieren. Obwohl der Draht den Schwerpunkt unterstützte, wich seine Lage von der Position des Schwingungsknotens z.B. der sogenannten „Drum“-Mode¹⁶ um bis zu einem Millimeter ab und verursachte so zusätzliche Dämpfung. Verlustmessungen bei Raumtemperatur, die an allseitig poliertem Silizium und kristallinen Quarzproben durchgeführt wurden, ergaben hervorragend niedrige Verluste¹⁷ im Bereich von $5,5 \dots 8,3 \times 10^{-9}$. Bis zum aktuellen Zeitpunkt existieren keine Veröffentlichungen mit derart kleinen mechanischen Verlusten für Silizium oder Quarz bei Raumtemperatur. Die generell abnehmende Tendenz des Verlustes bei Absenkung der Temperatur scheint ebenfalls ein Effekt der Aufhängungs-Substrat-Wechselwirkung zu sein, der zum aktuellen Zeitpunkt aber nicht abschließend geklärt ist und weiterer Untersuchung bedarf.

4.3.2 Silizium mit hoher Sauerstoffkonzentration

Nachdem die Verlustmessungen des hochreinen Siliziums aus Abschnitt 4.3.1 die durch McGuigan et al. beobachteten Verluste um 115 K nicht reproduzieren konnten, wurden drei stark sauerstoffhaltige Siliziumeinkristalle, welche von Kollegen der University of Glasgow zur Verfügung gestellt wurden, untersucht. Alle Substrate hatten einen Durchmesser von 65 mm und jeweils eine Länge von 50, 70 und 120 mm. Beim vorhandenen Kristallschnitt lag die $\langle 111 \rangle$ -Kristallachse parallel zur Probenzylinderachse. Um eventuelle Geometrieinflüsse beobachten zu können, wurden die drei Substrate aus dem selben Zuchtkristall gewonnen. Zum Vergleich des Raumtemperaturmesssystems der Kollegen in Glasgow mit dem in Jena, wurden die zwei kleinsten Proben nicht mit Wolframdraht, sondern in einer Schlinge aus Seidenfaden¹⁸ aufgehängt. Um die Reibungsverluste der einzelnen Seidenfasern zu verringern, wurde von den Kollegen aus Glasgow eine winzige Menge Schweinefett¹⁹ auf den Faden aufgetragen. Das größte Substrat musste aufgrund mangelnder Zugfestigkeit des Seidenfadens in einer Wolframschlinge aufgehängt werden. Alle

¹⁵Möglichst nahe eines Bewegungsknotens der Modenstruktur mit gleichzeitiger Unterstützung des Schwerpunktes der Probe.

¹⁶An der „Drum“-Mode bzw. sogenannten „Butterfly“-Mode wurden in der Vergangenheit die geringsten mechanischen Verluste gemessen, da die gewählte Drahtaufhängung in Anbetracht ihrer einfachen Modenform die geringsten Verluste einträgt.

¹⁷Anhand von Gl. (3.10) lässt sich zeigen, dass die PEW innerhalb der vorhandenen Dotierungskonzentrationen keine Limitierung darstellt.

¹⁸Der weiße Seidenfaden wurde von SETA REALE vertrieben.

¹⁹Hier sollte die mit der abnehmenden Temperatur steigende Viskosität des Fettes zu einem Zusammenkleben der Fasern führen.

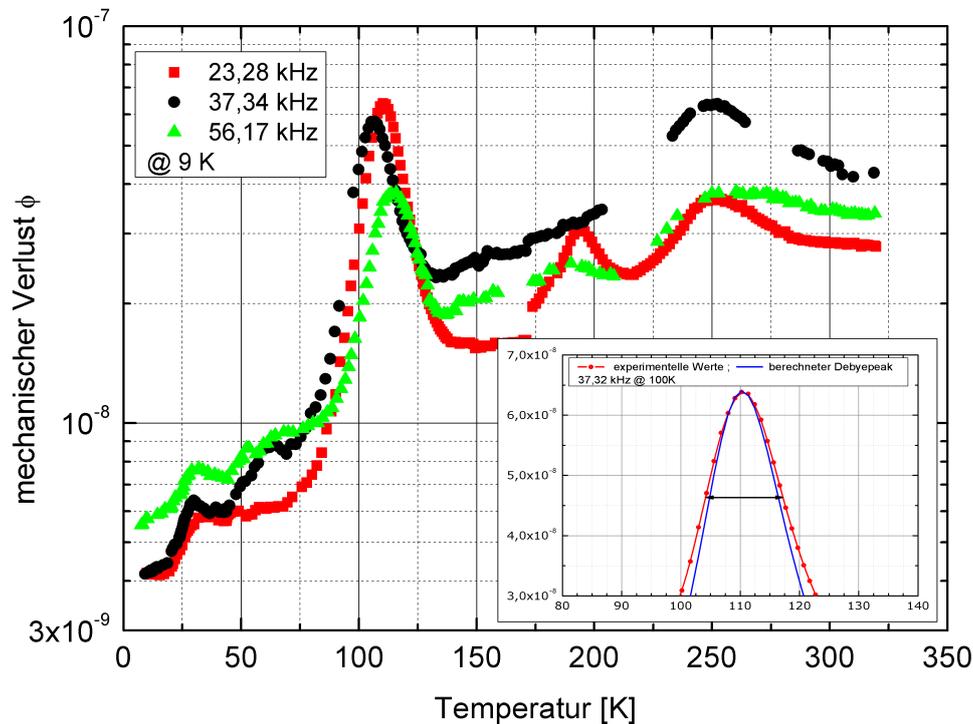


Abb. 4.7: Temperaturabhängiges Verlustspektrum eines sauerstoffhaltigen Siliziumsubstrats in (111) Orientierung, mit 65 mm Durchmesser und 120 mm Länge. Dargestellt sind drei Resonanzfrequenzen zwischen 23 und 57 kHz. Deutlich zu sehen ist der lokale Anstieg der Verluste aller gezeigten Moden bei ca. 115 K. Die Detailansicht zeigt, dass sich der Verlauf der experimentellen Werte gut durch den aus Aktivierungsenergie und Relaxationskonstante ermittelten Debyepeak beschreiben lässt.

Substrate wurden nach sorgfältiger Justage auf minimale Verluste durch die Aufhängung bei Raumtemperatur einzeln untersucht.

Abb. 4.7 zeigt den temperaturabhängigen Verlauf der Verluste für drei ausgewählte Resonanzen bei 23,28 kHz, 37,34 kHz und 56,17 kHz. Deutlich zu sehen ist der Anstieg der Verluste aller drei Moden bei genau der Temperatur, bei der auch die Messung von McGuigan et al. [49] vergleichbare Resultate lieferte.

Da die Temperatur des maximalen Verlustes mit steigender Resonanzfrequenz ebenfalls steigt, lag es nahe, dass es sich um einen thermisch aktivierten Prozess handeln könnte. Um die Genauigkeit für die Bestimmung der Aktivierungsenergie und die Relaxationskonstante des Prozesses im Arrheniusplot (siehe Abschnitt 3.1.4) zu erhöhen, wurden möglichst viele verschiedene Resonanzen in einem Frequenzbereich von 23 bis 260 kHz untersucht. Abb. 4.8 zeigt den temperatur- und frequenzabhängigen Verlust der Probe mit 120 mm Länge, stellvertretend für alle drei Substrate.

Im Allgemeinen ist zu beobachten, dass mit steigender Resonanzfrequenz auch die gemessenen mechanischen Verluste steigen. Obwohl Messergebnisse über einen großen Frequenzbereich verlässlichere Resultate für die Aktivierungsenergie und die Relaxations-

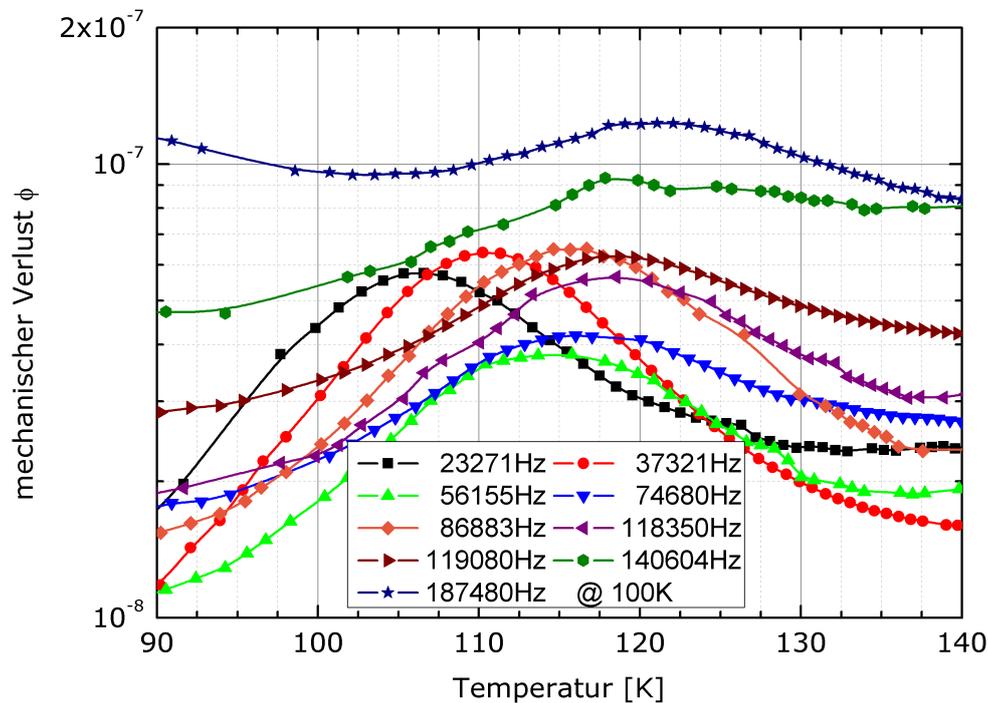


Abb. 4.8: Detailansicht des temperaturabhängigen, mechanischen Verlustspektrums in einer sauerstoffhaltigen Siliziumprobe (111) (\varnothing 65 mm \times 120 mm) bei ca. 115 K. Mit steigender Frequenz verschiebt sich das Maximum des Verlustes zu höheren Temperaturen, was auf einen thermisch aktivierten Dissipationsprozess schließen lässt.

konstante liefern können, wird aus Abb. 4.8 ersichtlich, dass die Auswertung der Temperatur T_0 bei den hochfrequenten Moden, aufgrund der Flachheit des Verlustverlaufs, mit größeren Fehlern behaftet ist als bei niederfrequenten Resonanzen. Dies kann soweit führen, dass einzelne Substratresonanzen keine Verluständerung²⁰ im untersuchten Temperaturbereich zeigen, da diese von anderen Verlusten überdeckt wird. Es sei an dieser Stelle außerdem bemerkt, dass die Frequenzabhängigkeit der Verluste nicht auf die Aufhängung zurückzuführen ist (siehe Abschnitt 4.2.1).

Trägt man, wie in Abschnitt 3.1.4 näher beschrieben, den Logarithmus der Kreisfrequenz ω bei der Temperatur T_0 über dem Inversen von T_0 auf, so ergibt sich der in Abb. 4.9 dargestellte Arrheniusplot. Die Auswertung der Anstiege der drei Geraden wurde in Tabelle 4.1 zusammengefasst.

Bezüglich der Werte von E_a ist auffällig, dass diese mit zunehmender Substratgröße abnehmen, innerhalb ihrer Fehlerintervalle aber übereinstimmen. Kromer et al. [96] errechnet analog der im Rahmen dieser Arbeit gefundenen Werte ebenfalls eine Aktivierungsenergie von $E_a=162$ meV [81]. Die ermittelten Relaxationskonstanten τ_0 zeigen bei steigender Substratgröße einen zunehmenden Trend. Während sich die Fehler der Aktivierungsenergie

²⁰Hier liegt der mechanische Verlust meist um eine Größenordnung über dem der anderen resonanten Moden.

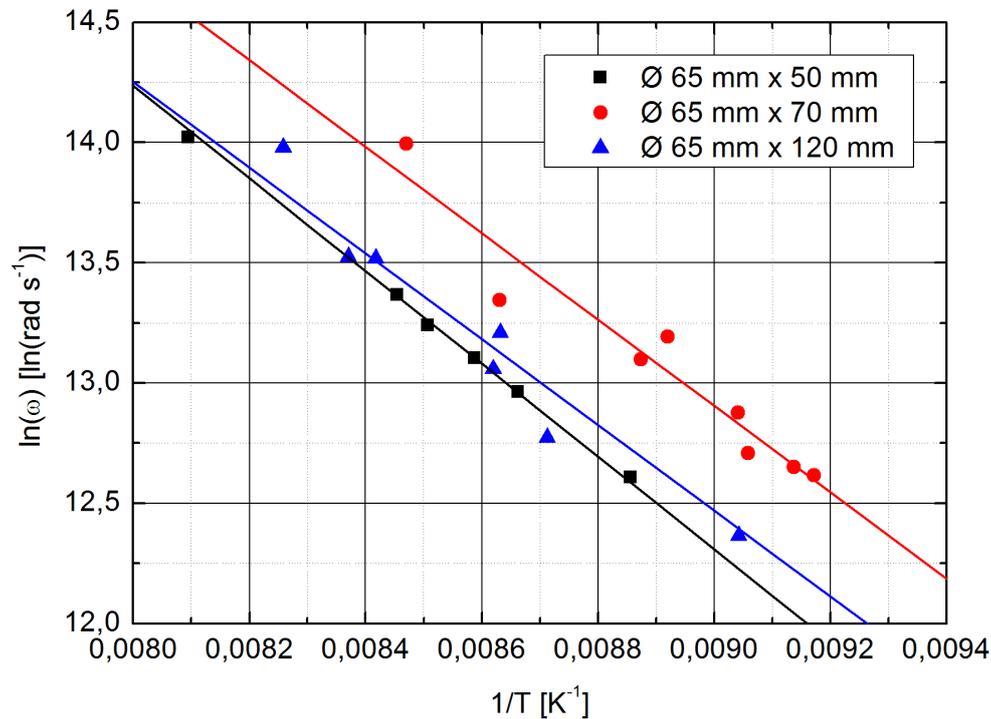


Abb. 4.9: Arrheniusplot dreier Substrate für einen thermisch aktivierten Verlustprozess in sauerstoffhaltigem Silizium (111). Die farbigen Punkte entsprechen den aus der Messung erhaltenen Werten, die durchgezogenen Linien der besten linearen Anpassung für die Anstiegsermittlung. Die Auswertung der Anstiege lieferte Aktivierungsenergien zwischen 153 und 166 meV.

gien zwischen 2 und 11 % bewegen, belaufen sich die Fehler für τ_0 zwischen 30 und 280 %. Dieser mehrfach beobachtete Sachverhalt (siehe Ergebnisse der Oxidschichten aus Abschnitt 5.3) schränkt den Aussagegehalt des Trends dramatisch ein. Hinzu kommt, dass es sich bei beiden Größen um mikroskopische Größen handelt, auf die die Geometrie der Probe keinen nennenswerten Einfluss haben sollte.

Für die Erklärung des Verlustprozesses gibt es mehrere Ansätze. In Bezug auf die Ergebnisse des vorangegangenen Abschnitts zu hochreinem Silizium unterscheiden sich die Proben maßgeblich im Betrag ihrer Sauerstoffverunreinigung. Während die hochreine Probe einen Sauerstoffgehalt von $\approx 10^{15} \text{ cm}^{-3}$ aufweist, liegt der Sauerstoffanteil der drei Sub-

Tab. 4.1: Vergleich der Aktivierungsenergien E_a und Relaxationskonstanten τ_0 dreier Siliziumsubstrate für den thermisch aktivierten Verlustprozesses bei 115 K. Während E_a mit zunehmender Substratgröße abnimmt, steigt τ_0 .

| Substrat | Aktivierungsenergie E_a [meV] | Relaxationskonstante τ_0 [s] |
|------------------|---------------------------------|-----------------------------------|
| Ø 65 mm × 50 mm | 166 ± 3 | $(1,3 \pm 0,4) \cdot 10^{-13}$ |
| Ø 65 mm × 70 mm | 155 ± 17 | $(2,4 \pm 6,8) \cdot 10^{-13}$ |
| Ø 65 mm × 120 mm | 153 ± 12 | $(4,1 \pm 6,1) \cdot 10^{-13}$ |

strate um den Faktor 100...1000 höher. Es liegt demnach nahe, dass Sauerstoff [99] durch einen thermisch aktivierten Prozess Schwingungsenergie dissipiert.

Verlustmessungen an verschiedenen Siliziumeinkristallen anderer Gruppen sowohl bei kryogenen wie auch Temperaturen über Raumtemperatur zeigen ähnliche Resultate. Die dabei gefundenen Aktivierungsenergien konzentrieren sich um 0,14 eV, 0,2 eV [100], 1,5 eV [101] und 2,1 eV [102], wobei es sich bei den beiden letzteren Werten vermutlich um Sauerstoffdiffusion im Silizium handelt. Hierfür bewegt sich das Sauerstoffatom durch den Kristall und bricht von Sprung zu Sprung jeweils eine kovalente Bindung zwischen zwei benachbarten Siliziumatomen auf.

An nachweislich stark mit Sauerstoff dotierten Proben durchgeführte Infrarotabsorptionsmessungen [103,104] zeigen um 1100 cm^{-1} ($9,1\text{ }\mu\text{m}$) eine mehr oder minder starke Absorption²¹. Aufgelöstere Messungen bei 4,2 K [105] offenbarten eine Veränderung im breiten Verlauf der Absorption bei Raumtemperatur und machten eine Feinstruktur sichtbar. Die bestimmten Aufspaltungsenergien liegen im Bereich der im Rahmen dieser Arbeit ermittelten Aktivierungsenergien und unterstützt die Annahme, dass Sauerstoff für den beobachteten Effekt verantwortlich ist.

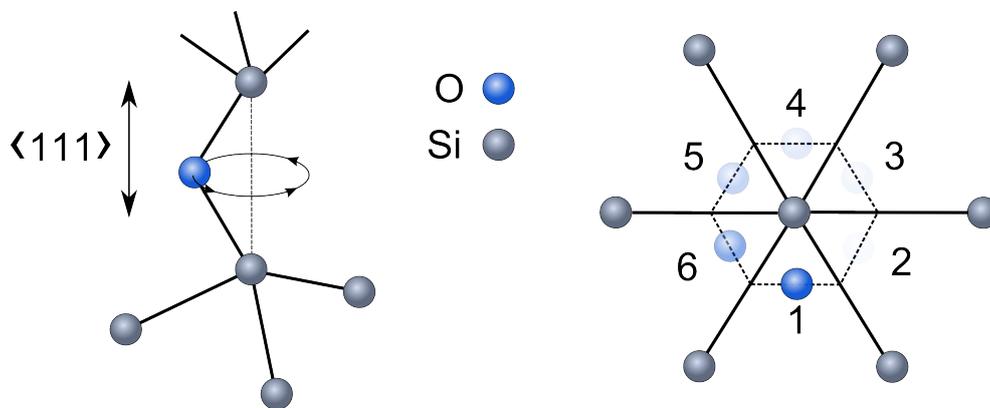


Abb. 4.10: Si-O-Si-Komplex in Silizium (grau) mit Sauerstoff (blau) auf einer Zwischengitterposition. Der Sauerstoff geht eine Bindung mit zwei Siliziumatomen ein (links), die zuvor durch eine kovalente Bindung verbunden waren [102,106]. Orthogonal zur $\langle 111 \rangle$ -Richtung des Einkristalls ergeben sich somit sechs äquivalente Positionen für den Sauerstoff (rechts - Draufsicht).

Wie Abb. 4.10 verdeutlicht, sitzt der Sauerstoff auf einem Zwischengitterplatz. Aufgrund der Kristallstruktur des Siliziums und dem 150° -Bindungswinkel des Si-O-Si-Komplexes ergeben sich sechs energetisch äquivalente Plätze um die $\langle 111 \rangle$ -Achse (Abb. 4.10 rechts). Bei Raumtemperatur sind alle sechs Positionen gleich wahrscheinlich thermisch besetzt. Erst eine aufgeprägte mechanische Spannung stört diese Verteilung und einzelne Plätze werden bevorzugt.

Alternativ zum Sauerstoff als Ursache für den Dissipationsprozess diskutieren Khizni-

²¹Die Stärke der Absorption skaliert dabei linear mit der Sauerstoffkonzentration.

chenko et al. [95] die Möglichkeit, dass es sich um einen Versetzungseffekt, also einen Bordonipeak handelt. Basierend auf ihren Beobachtungen führt eine statische, mechanische Verformung der Probe zu einer Versetzungsdichte von 10^8 cm^{-2} und somit zu einer Erhöhung der mechanischen Verluste bei 115 K. Im Vergleich zeigte die Probe von McGuigan ähnliche mechanische Verluste bei einer Versetzungsdichte, die um das 10^7 -fache kleiner war und auf eine andere Ursache schließen lässt. Gegen die Versetzungen als Ursache spricht außerdem, dass sich der in Abb. 4.7 gezeigte, temperaturabhängige Verlauf der Verluste in unmittelbarer Nähe²² des Verlustmaximums sehr gut durch einen einzelnen Debyepeak annähern lässt. Diese Tatsache widerspricht den bisherigen Beobachtungen von Bordonipeaks (siehe Abschnitt 3.1.4). Den Beobachtungen von Khiznichenko widerspricht außerdem eine Veröffentlichung von Möller et al. [97]. Die darin vorgestellten Ergebnisse deformierter/verspannter Germanium- und Siliziumkristalle zeigen zwischen 10 und 450 K keine versetzungsverursachten Verluste.

Abschließend lässt sich festhalten, dass die Konzentration von Verunreinigungen signifikanten Einfluss auf den temperaturabhängigen mechanischen Verlust hat. Am Beispiel von Sauerstoff konnte erstmals ein Richtwert für die noch zulässige Konzentrationen von $\approx 4 \times 10^{15} \text{ Atome/cm}^3$ bestimmt werden. Somit lassen sich Einschränkungen bezüglich möglicher Einsatztemperaturen für Silizium so weit wie möglich minimieren, was z.B. für zukünftige interferometrische Gravitationswellendetektoren von besonderem Interesse ist.

4.3.3 Saphir

Ein weiteres Material mit sowohl niedrigen mechanischen [42,107] wie auch optischen [108] Verlusten stellt Saphir dar. Mit einem Elastizitätsmodul von $Y_s = 340 \text{ GPa}$ [109] eignet es sich ungeachtet anderer auftretender Verlustmechanismen hervorragend für optische Resonatoren [110]. So liegen z.B. die mechanischen Resonanzen eines Saphirsubstrats im Vergleich zu einem Siliziumsubstrat gleicher Geometrie um einen Faktor zwei höher und somit weiter weg von dem Frequenzbereich, in dem z.B. ein Gravitationswellendetektor besonders empfindlich ist. Im Falle eines Tieftemperatureinsatzes ermöglichen Saphirfasern aufgrund ihrer vergleichsweise hohen Wärmeleitfähigkeit außerdem eine effiziente Kühlung [111] der Optiken. Weiterhin bieten transmittive Saphiroptiken im Gegensatz zu Silizium die Möglichkeit Nd:YAG-Lasersysteme (Emissionswellenlänge 1064 nm) zu verwenden [112, 113]. Für diese Wellenlänge existiert bereits ein Fülle an Informationen bezüglich optischer Eigenschaften wie z.B. Absorption, die für 1550 nm-Laser (beim Einsatz transmittiver Siliziumoptiken) erst noch bestimmt werden müssen.

Zur Untersuchung der mechanischen Verluste von Saphir wurde ein Einkristall mit einem

²²Bis zu einem $1/\sqrt{2}$ -Abfall des maximal auftretenden Verlustes.

Durchmesser von 76,2 mm und einer Dicke von 24 mm externen Firma allseitig poliert. Der Einkristall wurde so geschnitten, dass die Zylinderachse der Probe parallel zur $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ -Achse liegt. Aufgrund der hohen Härte des Materials, konnten 0,96 nm (RMS) Rauheit nicht unterschritten werden. Im Vergleich zu Silizium ist dieser Wert um einen Faktor fünf größer. Daraus folgt, dass auch eine dickere gestörte Oberflächenschicht zu erwarten ist. Dies wiederum könnte einen größeren Beitrag der Reibungswechselwirkung zwischen Substrat und Wolframdraht zum Gesamtverlust bedeuten.

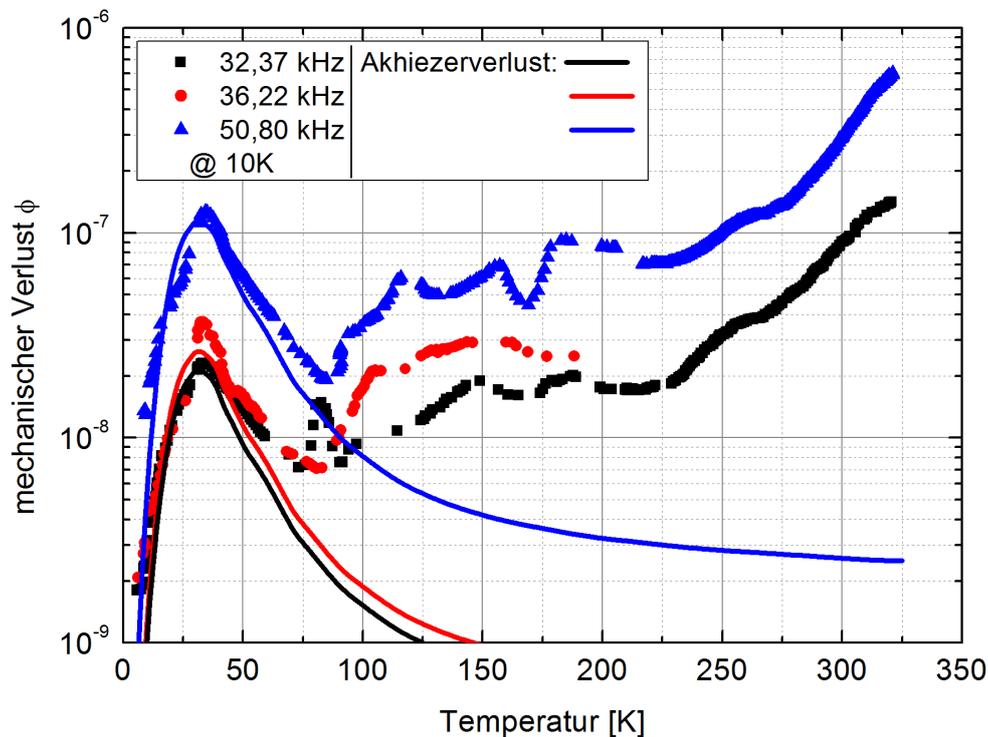


Abb. 4.11: Temperaturabhängiger mechanischer Verlust von Saphir ($\varnothing 76,2 \text{ mm} \times 24 \text{ mm}$), dargestellt für drei Resonanzfrequenzen zwischen 32 und 51 kHz. Auffällig ist der breite Dissipationspeak um 33 K, der durch sogenannte Akhiezerdämpfung verursacht wird. Das qualitativ nahezu gleiche Verhalten der beiden niederfrequentesten Moden liegt daran, dass es sich in beiden Fällen um sogenannte „Butterfly“-Moden handelt, deren gleiche Modenformen jeweils um 45° zueinander gedreht sind.

Aufgehängt wurde die Probe in einer Schlinge aus 75 μm dickem Wolframdraht. Aufgrund des kleinen piezoelektrischen Effektes in Saphir konnten mit den maximal zur Verfügung stehenden 1600 V_{ss} Anregespannung nur recht kleine Amplituden im einstelligen Nanometerbereich angeregt werden. In Verbindung mit den vergleichsweise hohen Verlusten bei Raumtemperatur konnte zudem nur eine geringe Anzahl an Resonanzfrequenzen auf deren mechanischen Verlust untersucht werden. Abb. 4.11 zeigt die gemessenen mechanischen Verluste dreier Resonanzfrequenzen zwischen 32 und 51 kHz. Das hohe Verlustlevel bei 295 K kam vermutlich dadurch zustande, dass sich bei keiner der beobachtbaren Resonanzen und deren Modenformen eine Knotenlinie an genau der Stelle befindet, an der auch

der Aufhängungsdraht den Substratschwerpunkt unterstützt. Daraus folgt, dass zwischen Draht und Substrat eine mit Reibung verbundene Relativbewegung auftrat und folglich Energie dissipiert wurde. Der mit der Temperatur im Allgemeinen abnehmende Trend der Verluste wird durch ein breites Verlustmaximum um 33 K gestört. Wie bei einem thermisch angeregten Dissipationsprozess, zeigt sich der Verlustanstieg bei allen untersuchten Moden. Auch die typische Temperatur-Frequenzabhängigkeit des Verlustmaximums lässt sich erahnen, aufgrund der vom Debye-Modell abweichenden Form des Peaks²³ und der geringen Anzahl der verfügbaren Moden aber nicht in einen Arrheniusplot übertragen. Für die Erklärung des breiten Peaks bei Temperaturen unter 100 K gibt es mehrere Ansätze. Nach Braginsky [42] wird der Anstieg durch sogenannte Akhiezerdämpfung [114] (siehe Gl. (3.8)) verursacht. Der Verlauf der Akhiezerdämpfung wurde daher numerisch berechnet und ist ebenfalls in Abb. 4.11 als durchgezogene Linien zu sehen. Abgesehen von leichten Abweichungen geben die numerisch berechneten Kurven den Verlauf der experimentellen Werte sehr gut wieder. Zum Anpassen der Höhe des maximal auftretenden Verlustes wurde der gemittelte Grüneisenparameter $\hat{\gamma}$ für jede Eigenmode skaliert. Für die beiden niederfrequentesten Moden ergeben sich folglich Werte von 2,0 und 2,1. Im Gegensatz zu $\hat{\gamma} \approx 3,8$ für die Mode bei 51 kHz stimmen die Werte sehr gut mit festkörperphysikalischen Betrachtungen [39] überein, die den Wertebereich von $\hat{\gamma}$ auf 1...3 einschränken.

Weitere Ansätze für die Erklärung von Verlustpeaks unter 100 K zeigen zwei Veröffentlichungen von Locke [84, 115]. Basierend auf den Messwerten verschieden mechanisch behandelte Saphirkristalle, könnten Versetzungen die Ursache des Verlustes sein. Ein Ausheilen der Versetzungen bei hohen²⁴ Temperaturen führte laut Locke zu einer drastischen Verringerung der Verluste zwischen 20 K und Raumtemperatur. Wie in Abschnitt 4.3.2 bereits angedeutet, bestand bis zum Ende der Arbeit keine ausreichende Möglichkeit zum Tempern derart großer Proben.

Locke geht des Weiteren davon aus, dass die von ihm minimal erreichten Verluste durch das intrinsische Limit des Materials gegeben sind.

Bei einer Endtemperatur von 5,8 K wurde ein minimaler Verlust $\phi = 1,8 \times 10^{-9}$ gemessen, der damit nur sehr knapp über dem geringsten, im Rahmen dieser Arbeit erreichten Wert von $\phi = 1,75 \times 10^{-9}$ des hochreinen Siliziumsubstrats (siehe Abschnitt 4.3.1) liegt. Abb. 4.11 macht deutlich, dass noch geringere Verluste für diese Probe nur durch noch niedrigere Temperaturen erreichbar sind. Der gemessene mechanische Verlust wird folglich durch den intrinsischen Prozess der Phonon-Phonon-Wechselwirkung begrenzt, der durch keine mechanische Optimierung der Messanordnung verändert werden kann.

²³Verwendbar sind einzig die Werte für 32,4 kHz und 50,8 kHz, wobei ein linearer Fit durch zwei Werte keine verlässlichen Daten liefert und deshalb darauf verzichtet wird.

²⁴Ein exakter Temperaturwert wurde nicht angegeben.

Die Verlustmessungen zeigen, dass der Einsatz von Saphir bei tiefen Temperaturen im Gegensatz zu Silizium mit Einschränkungen verbunden ist. Für optimale Einsatzbedingungen lassen sich daher zwei Temperaturbereiche angeben, die geringst mögliche mechanische Verluste aufweisen. Bei Temperaturen um den Siedepunkt von flüssigem Stickstoff liegt der erste Bereich, während der zweite möglichst unter 10 K liegt.

4.3.4 Calciumfluorid

Aufgrund seiner hervorragenden optischen Eigenschaften²⁵ [116] sowie seiner Verfügbarkeit in vergleichsweise großen Abmessungen findet Calciumfluorid großes Interesse in der Lithografie. Außerdem zeigt CaF_2 niedrige mechanische Verluste [117, 118] und dies über einen großen Temperaturbereich. Die Kombination aus niedrigen optischen und mecha-

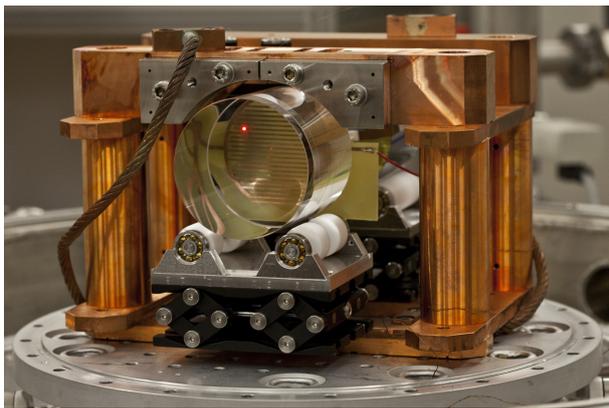


Abb. 4.12: Experimenteller Aufbau zur Verlustmessung an einem in (100)-Orientierung geschnittenen CaF_2 -Substrat. Hinter dem transparenten Substrat ist die GFK-Platte mit der kammförmigen Anregestruktur und in rot der Laserspot der Interferometers zu sehen.

nischen Verlusten macht CaF_2 zu einem sehr interessanten Material auf dem Gebiet der Laserstabilisierung [119, 120] und Gravitationswellendetektion [121, 122].

Das in (100)-Orientierung hergestellte Substrat (siehe Abb. 4.12) hatte eine Größe von 76,2 mm im Durchmesser und 75 mm Dicke. Aufgehängt wurde die Probe an 50 μm Wolframdraht, wobei die freischwingende Drahtlänge so kurz gewählt wurde, dass die erste Violinmode bei ca. 10 kHz auftrat. Abb. 4.13 (a) zeigt den mechanischen Verlust zweier

Moden in Abhängigkeit der Temperatur zwischen 5 und 290 K [123]. Der Übersichtlichkeit wegen wurde nur der höchste nach Gl. (3.5) zu erwartende thermoelastische Verlust (rote Linie) dargestellt. Dieser tritt bei der Butterfly-Mode bei 31 kHz auf. Tendenziell nimmt der Verlust mit sinkender Temperatur, abgesehen von den Peaks I-IV, um im Mittel eine Größenordnung ab.

Die Lage der Peaks I-III unterscheidet sich in Abhängigkeit der Resonanzfrequenz der Mode um mehrere zehn Kelvin. Erklären lässt sich ihre Ursache durch eine resonante Kopplung zwischen Substrat und Aufhängungsdraht. Dass für die 42 kHz-Mode zwei Verlustpeaks erscheinen, liegt aller Wahrscheinlichkeit nach daran, dass der in Abschnitt 4.2.1 beschriebene Längenunterschied der Aufhängungsdrähte zu einer Resonanzverschiebung

²⁵ CaF_2 zeigt im UV-Spektrum sehr geringe Absorption und hohe Strahlungsstabilität

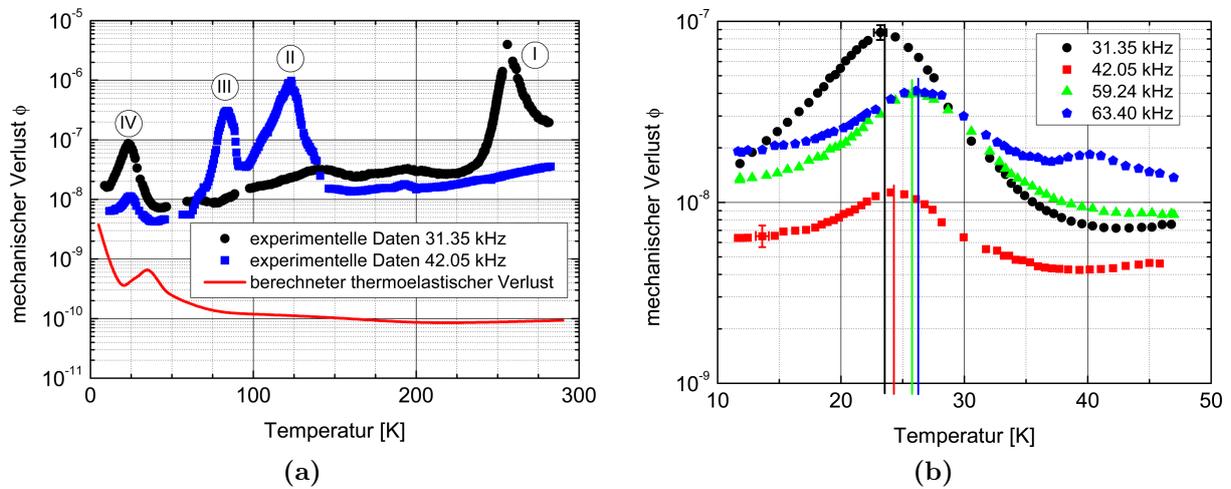


Abb. 4.13: (a) - Verlauf des mechanischen Verlustes zweier Resonanzfrequenzen in Abhängigkeit von der Temperatur zwischen 5 und 290 K. Die rote Linie repräsentiert den höchsten zu erwartenden thermoelastischen Verlust (numerisch berechnet) des Substrats. (b) - Detailansicht des mechanischen Verlustes für vier Resonanzfrequenzen zwischen 10 und 50 K. Die farbigen vertikalen Linien dienen der Veranschaulichung der Temperatur- von Frequenzabhängigkeit des Peakmaximums.

führt. Errechnet man aus dem Frequenzabstand der beiden Peaks mit Hilfe von Gl. (4.1) die Längendifferenz zwischen L_1 und L_2 (siehe Abb. 4.1), so führt dies auf einen Wert von $\approx 0,1$ mm. Dass dieser Effekt bei der Mode mit 31 kHz nicht zu erkennen ist, liegt daran, dass mit der Resonanz erst bei höheren, hier nicht untersuchten Temperaturen zu rechnen ist. Im Gegensatz zu den bereits erklärten Verlustpeaks erscheint bei etwa 25 K, innerhalb eines engen Temperaturintervalls bei allen Resonanzfrequenzen ein Anstieg des Verlustes. Anhand der Tatsache, dass die Temperatur, bei der der maximale Verlust jeder

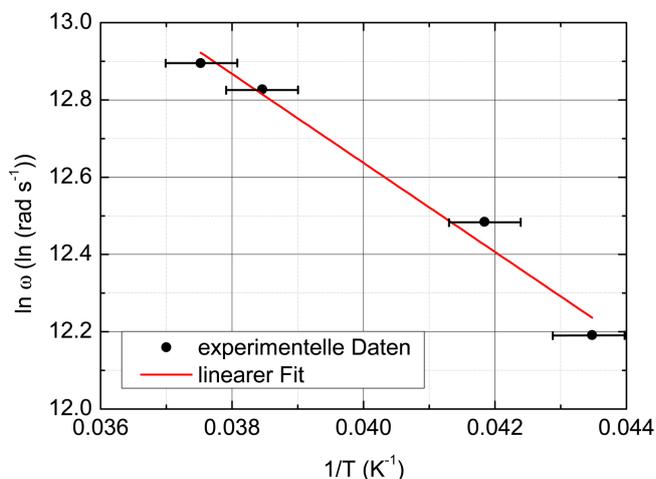


Abb. 4.14: Arrheniusplot für den Dissipationspeak in CaF_2 bei ≈ 25 K. Der Fehler der Frequenzmessung ist klein im Vergleich zum Durchmesser der Messpunkte.

Mode auftritt, mit zunehmender Frequenz ebenfalls steigt (siehe Abb. 4.13 (b)), lässt auf einen thermisch aktivierten Prozess schließen. Trägt man hierfür den natürlichen Logarithmus der Resonanzfrequenz (an der Stelle des maximalen Verlustes) über dem Inversen der Peaktemperatur auf, so ergibt sich nach Abschnitt 3.1.4 der Arrheniusplot (siehe Abb. 4.14). Aus dem Anstieg und dem Schnittpunkt der resultierenden Geraden mit der Abszisse folgt eine Aktivierungsenergie von $(10 \pm 0,1)$ meV, bei einer Re-

laxationszeit von $(100 \pm 30) \times 10^{-9}$ s.

Vorangegangene Messungen [118] in der Gruppe zeigten aufgrund geringerer Auflösung keine Peaks bei tiefen Temperaturen. Veröffentlichungen von Fontanella [124,125] und Andeen [126] berichten von Verlustpeaks bei vergleichbaren Temperaturen. Zum damaligen Zeitpunkt lag die Ursache in der gezielten Dotierung der CaF_2 -Kristalle mit Seltenerden wie Erbium (zwischen 0,001 und 3 Mol-%), Yttrium und Lanthan. Erst bei Dotierungskonzentrationen von 0,3 Mol-% war ein lokaler Anstieg des mechanischen Verlustes bei tiefen Temperaturen zu sehen. Angaben unseres CaF_2 -Herstellers [79] zufolge wurden keine Seltenerden dem Kristallzuchtprozess hinzugefügt. Die genaue Ursache konnte bis zum Ende der Arbeit nicht ermittelt werden. Aus diesem Grund sind weitere Messungen an anderen CaF_2 -Substraten in Zusammenarbeit mit der Kristallzuchtfirma in Planung.

Wie auch bei Saphir führen die erhaltenen Ergebnisse zu einer Einschränkung der Verwendbarkeit von CaF_2 bei Temperaturen unter 50 K. Da nicht bekannt ist, ob es sich um ein diesem Substrat oder allgemein CaF_2 eigenes Phänomen handelt, kann an dieser Stelle keine verbindliche Aussage getroffen werden.

4.3.5 Mechanische Verluste durch verunreinigte Substratoberflächen

Wie bereits erklärt (Abschnitt 4.2.2), wurde für die kontinuierliche Messung der jeweils aktuellen Substrattemperatur eine zweite Probe benötigt, die in symmetrischer Anordnung, ebenfalls in Pendelkonfiguration auf der Experimentierplattform befestigt wurde. Um für die Temperaturmessung an der Probe einen besseren thermischen Kontakt zwischen Probe und Temperatursensor zu erhalten, wurde eine kleine Menge des Vakuumsfettes APIEZON [127] auf die Kontaktfläche aufgetragen.

Da nicht alle Proben in doppelter Ausführung vorhanden waren und so nicht ausschließlich der Temperaturmessung dienten²⁶, bestand Grund zu der Annahme, dass trotz sorgfältiger Reinigung mit Isopropanol winzigste verbliebene Fettrückstände den gemessenen mechanischen Verlust beeinflussen. Der in Abb. 4.15 dargestellte breite Verlustanstieg um 150 K scheint genau diesen Umstand als Ursache zu haben.

Dem bisher nicht anderweitig identifizierbaren Anstieg der Verluste ist eigen, dass alle untersuchten Moden davon betroffen sind, sich aber keine messbare Temperaturabhängigkeit in Bezug auf die Resonanzfrequenzen zeigt, wie es bei thermisch aktivierten Prozessen der Fall ist. Alle Resonanzfrequenzen haben bei annähernd der gleichen Temperatur ihr Verlustmaximum.

Für die zuverlässige Identifikation des Fetteinflusses auf den mechanischen Verlust wurde

²⁶Um den Einfluss unterschiedlicher Kristallorientierungen zu untersuchen zu können, wurden Substrate in gleicher Geometrie (d.h. 1x (100)-Orientierung und 1x (111)-Orientierung) beschafft.

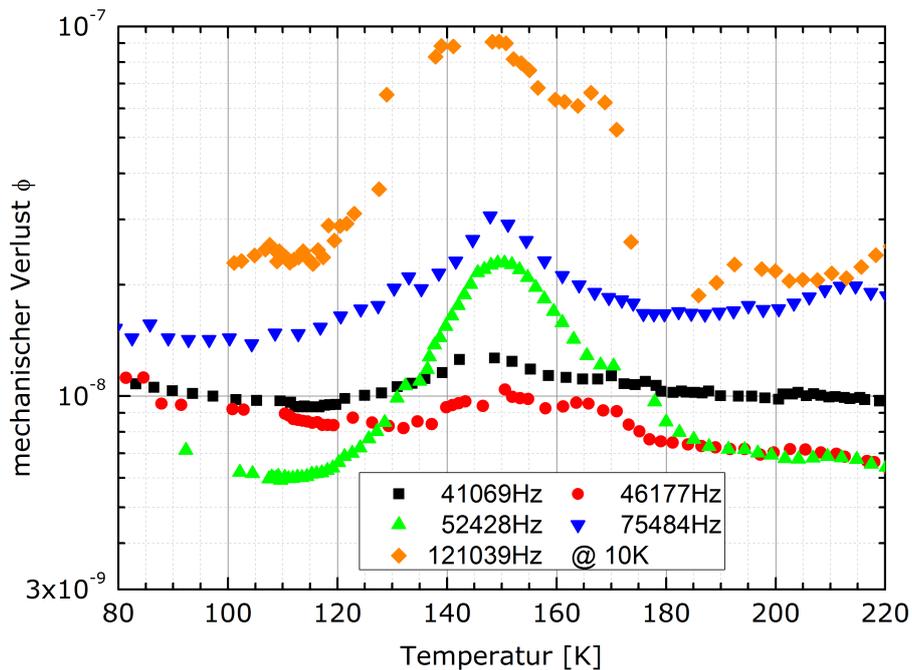


Abb. 4.15: Exemplarische Darstellung der Beeinflussung des temperaturabhängigen mechanischen Verlustes einer Siliziumprobe (100) ($\varnothing 76,2 \text{ mm} \times 75 \text{ mm}$) durch Vakuumfett. Bei 150 K zeigt sich ein Anstieg des Verlustes, der bei allen untersuchten Frequenzen (zwischen 41,1 und 121 kHz) bei der gleichen Temperatur auftrat, aber keine für thermisch aktivierte Prozesse typische Frequenzabhängigkeit zeigte.

kein Bulksubstrat, sondern ein $75 \mu\text{m}$ dicker Siliziumcantilever verwendet. Die Vorteile von Siliziumcantilevern liegen darin, dass ihre Verluste im unbeschichteten Zustand ausreichend bekannt sind (siehe Abschnitt 5.2 und die farbigen Linien in Abb. 4.16) und auch kleinere Mengen Fett aufgrund des Gewichtungsfaktors (vgl. Gl. (2.10)) immer noch zu identifizierbaren Veränderungen führen. Anders als auf einem Bulksubstrat, zeigt sich die dämpfende Wirkung des Fettes über einen weiten Temperaturbereich, wodurch sich lokal²⁷ auftretende Veränderungen leichter identifizieren und vom intrinsischen Verhalten des Substrats unterscheiden lassen.

Für die Messung wurde das Vakuumfett dünn auf den gesamten schwingenden Bereich des Cantilevers aufgetragen. Da im Allgemeinen davon auszugehen ist, dass das Fett auf den großen Siliziumeinkristallen nicht homogen verteilt ist, wurde die Dickenverteilung auf dem Cantilever nicht weiter untersucht. Es wurde aber Wert darauf gelegt, die aufgetragene Menge so gering wie möglich zu wählen, um dass trotz der resultierenden Dämpfung immer noch Abklingmessungen möglich waren.

Abb. 4.16 zeigt die erhaltenen mechanischen Verluste für fünf ausgewählte Resonanzfrequenzen in einem Temperaturbereich zwischen 77 und 315 K. In Richtung niedrigerer

²⁷In diesem Zusammenhang bezieht sich der Begriff „lokal“ auf eine Temperaturänderung von wenigen zehn Kelvin.

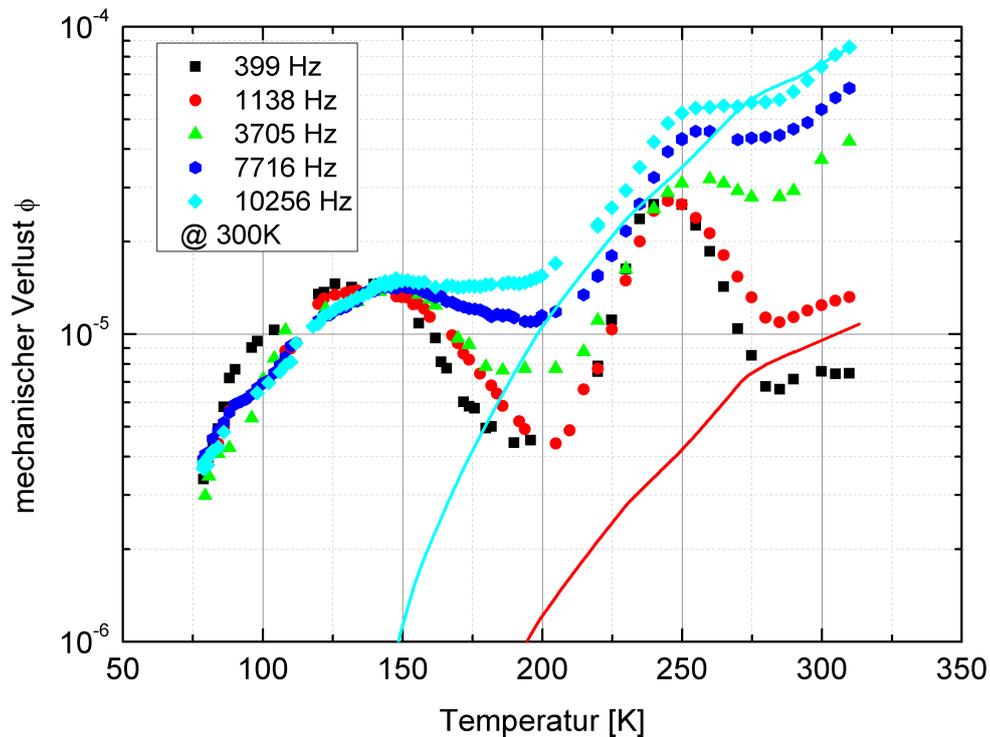


Abb. 4.16: Diagramm zum temperaturabhängigen mechanischen Verlust eines mit Vakuumfett verunreinigten, 75 µm dicken Cantilevers. Die fünf dargestellten Resonanzfrequenzen befinden sich zwischen 399 Hz und 10,3 kHz. Die zwei dargestellten Linien geben das thermoelastische Limit für den mechanischen Verlust in diesem Temperaturbereich wieder, entlang dessen sich die Verluste des unbeschichteten Cantilevers (siehe Abschnitt 5.2) um Raumtemperatur bewegen.

Temperaturen wird der gemessene mechanische Verlust beginnend bei 315 K durch die thermoelastische Dämpfung des Cantilevers dominiert. Bereits ab Temperaturen kleiner als 275 K bestimmt die Fettschicht im Wesentlichen den Verlauf der Verluste. Auffällig sind die zwei deutlichen Anstiege des Verlustes bei ca. 140 K und 250 K, die bei allen gemessenen Resonanzfrequenzen zu beobachten waren. Wie in Abb. 4.15 steigen die Verluste aller Resonanzen um 150 K. Warum sich das bei ca. 250 K am Cantilever gemessene Maximum nicht auch in der Messung der Bulkprobe zeigt, ist bislang ungeklärt. Eine quantitative Aussage über die Ursache der unterschiedlichen Relaxationsstärken in Abb. 4.15 lässt sich aufgrund der unklaren Verteilung möglicher Fettrückstände nicht treffen.

4.3.6 Vergleich der mechanischen Verluste unterschiedlicher Materialien

Zum Abschluss der vorangegangenen Abschnitte²⁸ über den temperaturabhängigen Verlust verschiedener Bulkmaterialien sollen diese nun miteinander verglichen werden. Das

²⁸4.3.1 - 4.3.4

bereits zu Beginn der Arbeit aufgezeigte Verlustspektrum (siehe Abb. 4.17) von Fused Silica, kristallinem Quarz und Silizium konnte um Calciumfluorid und Saphir ergänzt werden. Gleichzeitig wurden die zuvor dargestellten Werte für Silizium durch neue, noch niedrigere Verluste aus Abschnitt 4.3.1 ersetzt. Mit Hilfe des untersuchten hochreinen Siliziums sind in einem Temperaturbereich unter 20 K niedrigere Verluste erreichbar, als zuvor gezeigt.

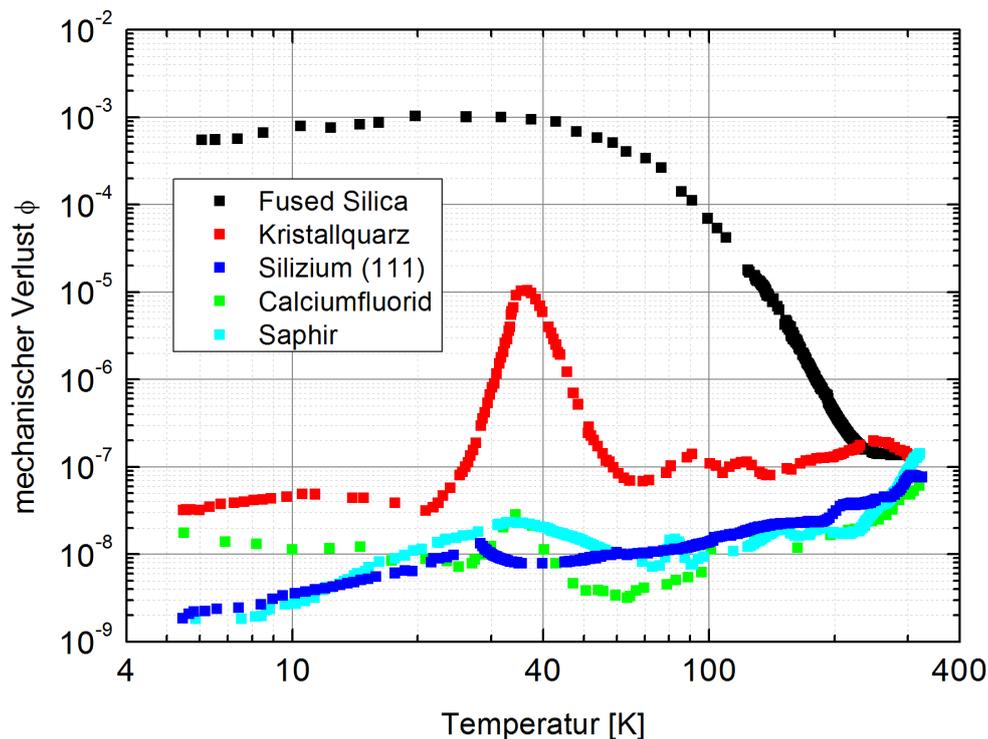


Abb. 4.17: Vergleich des temperaturabhängigen mechanischen Verlustes verschiedener Materialien zwischen 5 und 325 K. Während alle gezeigten Materialien bei Raumtemperatur ein vergleichbares Niveau mechanischer Verluste zeigen, erreichen Silizium und Saphir die größte Verlustreduzierung durch Abkühlen.

Der Vergleich in Abb. 4.17 offenbart, dass sich Silizium und Saphir in Bezug auf den Verlauf ihrer mechanischen Verluste nicht nennenswert unterscheiden. Allein auf den mechanischen Verlust bezogen, eignen sich daher beide Materialien gleichermaßen für einen Einsatz unter 20 K. Zwischen 40 und 100 K liefert Calciumfluorid die niedrigsten mechanischen Verluste. Für eine Anwendung, die besonders niedriges thermisches Rauschen voraussetzt, bleibt aber zu bedenken, dass nicht allein der mechanische Verlust über die Eignung oder Nichteignung eines Materials entscheidet (siehe Abschnitt 3 und 6.1.1).

5 Verlustmessungen an Cantilevern zur Charakterisierung dünner Schichten

Im Kapitel 1 wurde bereits darauf eingegangen, dass die dielektrischen Schichten optischer Komponenten maßgeblich zum thermischen Rauschen in optischen Experimenten beitragen. Zum aktuellen Zeitpunkt existiert kein ausreichendes Verständnis, was die Ursache dafür ist und wie dieser Umstand beseitigt werden kann. So ist z.B. nicht geklärt, ob und wie stark die Verluste dielektrischer Schichten durch intrinsische Prozesse oder aber durch Interfaceeffekte zwischen Schicht und darunter- oder darüberliegendem Material bestimmt werden. Außerdem existieren nur unzureichende Erkenntnisse über die Wärmebehandlung dielektrischer Schichten, um z.B. mechanische Spannungen zu reduzieren.

Zum aktuellen Zeitpunkt finden Schichtstapel alternierender Einzelschichten aus Tantalpentoxid (Ta_2O_5) und Siliziumdioxid (SiO_2) Anwendung als hochreflektierende Beschichtung z.B. in interferometrischen Gravitationswellendetektoren. Es ist bekannt, dass Ta_2O_5 den höheren mechanischen Verlust der beiden verwendeten Materialien hat und somit für stärkeres thermisches Rauschen verantwortlich ist. Die Verwendung alternativer Materialien wie Hafniumdioxid (HfO_2) [128–130], Aluminiumoxid (Al_2O_3) oder Niobpentoxid (Nb_2O_5) [131] versprechen zwar geringfügig verbesserte mechanische Verluste, erfüllen unter Umständen aber die Anforderungen für die optischen Grenzwerte wie Absorption in der Schicht [132] und das Streulichverhalten [133] in Hochleistungsoptiken nicht. Außerdem führt das veränderte Verhältnis der E-Moduln von Schicht und Substrat zu unterschiedlichem Rauschen [20].

Da sich die mechanischen Verluste wenige hundert Nanometer dünner Schichten aufgrund der Herstellung und Handhabbarkeit nur eingeschränkt an der Schicht, also ohne stabilen mechanischen Träger untersuchen lassen, werden diese auf speziellen Substraten abgeschieden. Wie von [4] gezeigt wurde, lässt sich die Schicht auf einem bereits im unbeschichteten Zustand untersuchten Siliziumsubstrat abscheiden. Der mechanische Verlust eines zusammengesetzten Systems ist nach Gl. (2.10) aus den Verlusten des Trägersubstrats und denen der Schicht zusammengesetzt. Dabei wird der Verlust der Einzelkomponenten in Bezug auf die im jeweiligen Material gespeicherte Energie gewichtet. Da der Dickenunterschied der Siliziumsubstrate im Vergleich zur dielektrischen Schicht mehrere Größenordnungen be-

tragen kann, wird der Effekt einer dünnen Schicht schwach ausfallen. Eine Steigerung der Sensitivität des Messsystems für den Schichtverlust erreicht man dadurch, dass die Schichtabscheidung auf entsprechend dünnen Substraten stattfindet. Für die Untersuchung mechanischer Verluste bei tiefen Temperaturen haben sich Cantilever aus Silizium als besonders geeignet herausgestellt. Abb. 5.1 zeigt die Geometrie eines der verwendeten Cantilever. Das ca. 0,5 mm dicke Endstück dient zur Befestigung des Cantilevers, worauf im folgenden Abschnitt näher eingegangen werden soll. Länge und Breite des Cantilevers wurden mit der Maßgabe bestimmt, dass Biege- und Torsionsmoden (gemäß Abschnitt 2.4.2) möglichst gut separiert im Frequenzspektrum verteilt liegen. Abb. 5.1 zeigt exemplarisch die geometrische Dimensionierung und die Lage der Kristallachsen am Beispiel eines Siliziumcantilevers.

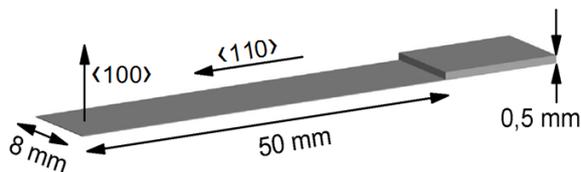


Abb. 5.1: Schematische Darstellung einer der verwendeten Cantilevergeometrien. Das ca. 0,5 mm dicke Endstück dient der Klemmung des Cantilevers während der Verlustmessung.

5.1 Der experimentelle Aufbau

5.1.1 Die Cantileverklemmung und deren Optimierung

Grundsätzlich erfolgte die Klemmung der Cantilever am 0,5 mm dicken Ende des Cantilevers. Dieses wurde zwischen zwei Blöcke gelegt. Beide Blöcke wurden wie z.B. in Abb. 5.2 (1) dargestellt, mit zwei Schrauben miteinander verschraubt. Anfänglich wurden die Klemmblocke aus Edelstahl gefertigt und für einen möglichst guten Wärmeübergang und Kraftschluss zwischen beiden Klemmblocken und Cantilever poliert. Um den Wärmeübergang bei tiefen Temperaturen weiter zu verbessern, wurde der Edelstahl durch Kupfer ersetzt (siehe Abb. 5.2), was trotz Verzicht auf die Politur der Klemmflächen zu keiner Verschlechterung der Messwerte führte.

Mit Hilfe einer Finite-Element-Analyse (ANSYS [58]) der Eigenfrequenzen der in Abb. 5.3 gezeigten Klemme konnte abgeschätzt werden, dass im Frequenzbereich¹ bis 6 kHz vier Eigenfrequenzen existieren (siehe Tab. 5.1). Für das zum damaligen Zeitpunkt verwendete Cantileverdesign konnte eine resonante Wechselwirkung zwischen Klemme und Cantilever bis 10 kHz zwar ausgeschlossen werden, für abweichende Designs aber nicht. Aus diesem

¹Experimentelle Beobachtungen zeigen, dass im Frequenzbereich bis maximal 6 kHz Wechselwirkungen zwischen Klemme und Cantilever zu erwarten sind.

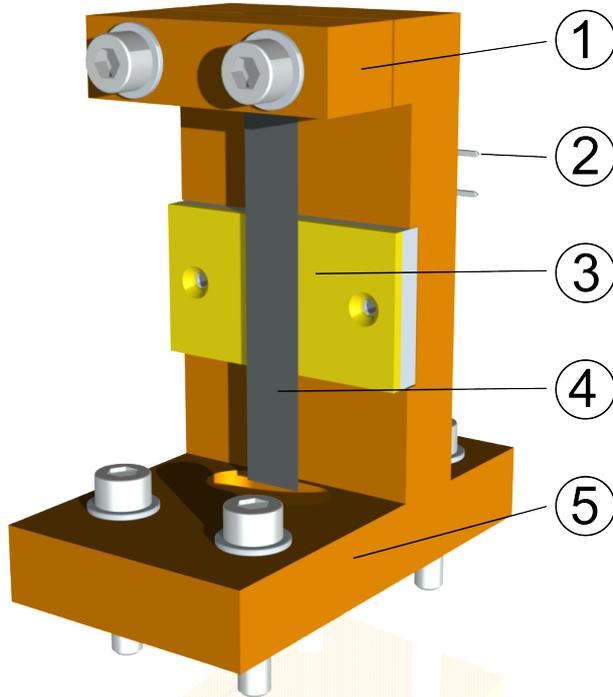


Abb. 5.2: Schematische Darstellung der Klemmvorrichtung für Verlustmessungen an Cantilevern. (1) - Klemmsteg (mit kalibrierter Siliziumdiode für die Bestimmung der Proben-temperatur) durch den der Cantilever am Probenhalter befestigt wird, (2) - Elektrische Zuleitungen zu einem 30 W-Lastwiderstand mit Siliziumdiode DT-670SD [94] für die Temperaturregelung der Probe, (3) - Leiterplatte mit strukturierter, kammähnlicher Struktur für die elektrostatische Anregung der Cantileverschwingungen, (4) - Siliziumcantilever, (5) - Befestigungsmöglichkeit der Klemme im Kryostaten.

Grund wurde eine kompaktere Gestaltung der Klemme den Platzverhältnissen im Kryostaten entsprechend entwickelt, dass die Zahl der Resonanzen auf ein Minimum reduziert wurde.

Tab. 5.1: Vergleich der mit Hilfe einer Finiteelementanalyse (ANSYS) berechneten Schwingungsfrequenzen der Cantileverklemme für die zwei unterschiedlichen Ausführungen aus Abb. 5.3. Auffällig ist die Steigerung der Fundamentalschwingung von 1,2 kHz auf 4,2 kHz, um resonante Wechselwirkungen zwischen niederfrequenten Cantileverschwingungen und der Klemme zu minimieren.

| Nummer der Schwingung | Design 1 Frequenz [Hz] | Design 2 Frequenz [Hz] |
|-----------------------|------------------------|------------------------|
| 1 | 1163 | 4242 |
| 2 | 2706 | 4949 |
| 3 | 4089 | 6731 |
| 4 | 5425 | 12732 |
| 5 | 9922 | 12754 |
| 6 | 11195 | 13412 |
| 7 | 12079 | 13752 |
| 8 | 14080 | 15029 |
| 9 | 17151 | 17738 |
| 10 | 20782 | 19797 |

Für die Anregung der Schwingung sorgte, ähnlich der Anordnung bei den Bulkmessungen, eine kammartige Kupferstruktur auf einer GFK-Platte (Nummer 3). An die Kamm-

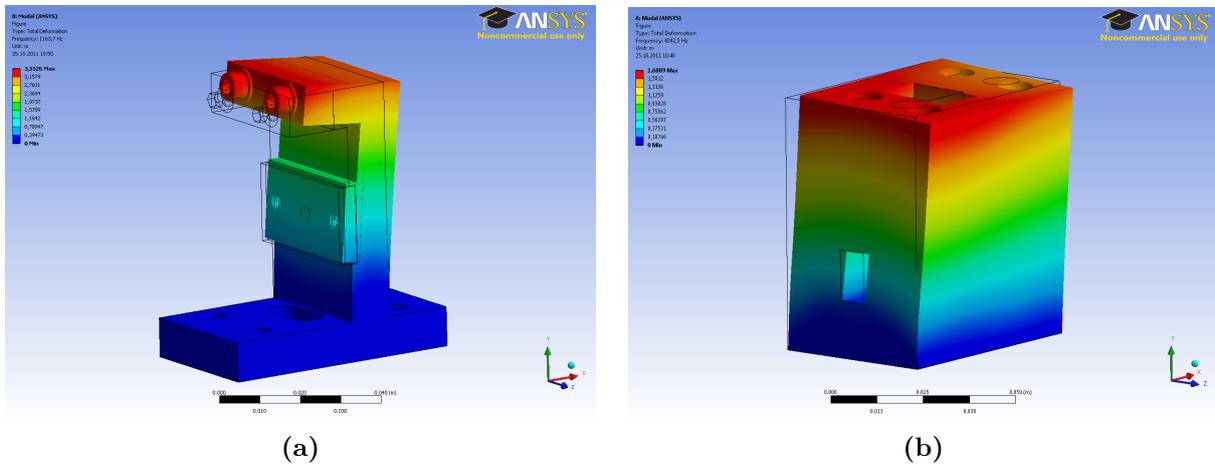


Abb. 5.3: FE-Analyse zur Bestimmung der Eigenfrequenzen der Cantileverklemmvorrichtung für Verlustmessungen. Die Farben geben die totale Auslenkung bezogen auf die Ruhelage (blaue Färbung) an. (a) - Fundamentale Schwingung (1,1 kHz) des Ausgangsdesigns. (b) - Fundamentalschwingung (4,2 kHz) des geänderten, kompakteren Designs für die Minimierung der Anzahl von Eigenfrequenzen unter 5 kHz. Eingebaut und geklemmt wird der Cantilever in die nach oben zeigende Öffnung, während das Auslesen durch die nach vorn zeigende Öffnung erfolgt.

struktur konnte eine frequenzvariable Wechselspannung von maximal $1600 V_{ss}$ angelegt werden. Für eine stehende oder hängende Montage in einem Raumtemperaturmessplatz oder einem Kryostaten ist das untere Ende der Klemme (Nummer 5) konzipiert. Das Vorgehen zur Messung der mechanischen Verluste entspricht der in Abschnitt 2.4.1, Abb. 2.4 (a) dargestellten Anordnung der reflektiven Schwingungsdetektion mit Hilfe einer geteilten Fotodiode. Das in Abschnitt 2.4.1 ebenfalls erläuterte Detektionsverfahren mit Hilfe des Laservibrometers konnte nicht eingesetzt werden, da es bei Biege- und Torsionschwingungen zu einer Auslenkung des Strahls aus seiner Einfallrichtung kommt, was im Allgemeinen unweigerlich zur Dejustage des Interferometers führt.

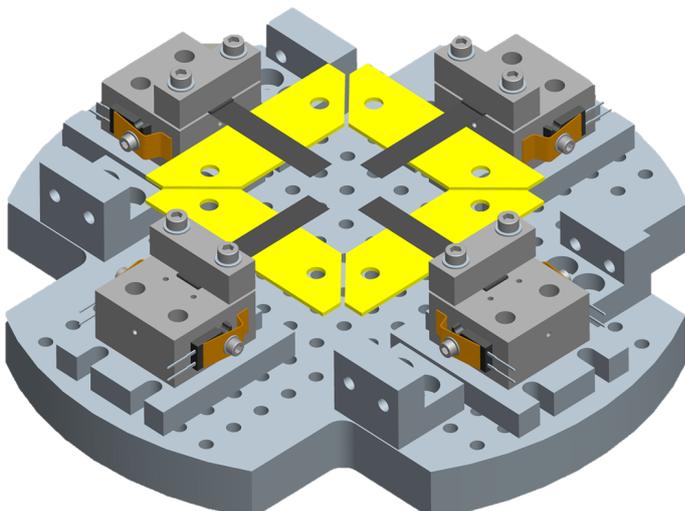


Abb. 5.4: Schematische Darstellung des experimentelles Setups zur gleichzeitigen Verlustmessung an vier Cantilevern. Gelb - GFK-Platte mit elektrostatischer Anregestruktur, Dunkelgrau/Schwarz - Probenhalter (inkl. Heizwiderstände und Siliziumtemperaturdiode) mit Siliziumcantilever um 90° zueinander versetzt befestigt, Hellgrau - zentrale Aluminiumplatte zur Befestigung aller Komponenten.

Detaillierte Untersuchungen des temperaturabhängigen mechanischen Verlustes von Cantilevern sind sehr zeitintensiv². Die gilt besonders, wenn sich auf dem blanken Cantilever keine Beschichtung befindet. Um den Zeitaufwand effektiver zu nutzen, wurde das einkanalige Messsystem zu einem Vierkanaligen umgebaut. Platzbedingt kam hierfür aber nur der Kryostat in Frage, in dem auch die Bulkmessungen stattfanden. Die Platzverhältnisse im Probenraum ließen es zu, dass auf einer zur Dämpfung äußerer Erschütterungen separat aufgehängten Aluminiumplatte vier Probenhalter befestigt wurden (siehe Abb. 5.4). Um jeweils 90° gedreht, wurden die Cantilever aufeinander zeigend um die zentrale Anregeeinheit befestigt. Während also der erste Cantilever nach seiner Schwingungsanregung in das exponentielle Abklingen überging, erfolgte zeitgleich die Anregung und das Abklingen eines weiteren Cantilevers usw.. Unter Beachtung des Kühl- und Heizaufwandes ließen sich so bis zu 75 % des Zeitaufwandes von vier Einzelmessungen einsparen.

5.1.2 Der Kryostat

Neben unbeschichteten Cantilevern bestand der weit größere Teil der Untersuchungen in der Charakterisierung beschichteter Cantilever. Die vergleichsweise hohen mechanischen Verluste beschichteter Cantilever führten verglichen zu den Verlustmessungen an Bulkmaterial zu deutlich verkürzten Messzeiten. Die gesamte kryogene Messung dauert folglich nicht mehrere Wochen, sondern nur wenige Tage. Um also nicht von den Zeitkonstanten³ des Kryostaten für Bulkmessungen abzuhängen und daher in kürzeren Zeitintervallen Proben untersuchen zu können, wurde ein zweiter, kleinerer Kryostat der Firma THOMAS KEATING LTD. beschafft und für eine zweikanalige Verlustmessung mit optischen Durchführungen und der notwendigen Verkabelung ausgestattet. Bei dem Kryostaten handelt es sich um einen Badkryostaten, bei dem das Experiment auf der Unterseite des Heliumtanks befestigt wird. Bei entsprechender thermischer Ankontaktierung lassen sich im Vergleich zum in Kapitel 4 vorgestellten Kryostaten auch Temperaturen unterhalb der Siedetemperatur von 4,2 K bei Umgebungsdruck⁴ erreichen [134].

Das Isolationsvakuum, welches auch gleichzeitig das Probenvakuum ist, wird über einen separat angefertigten Flansch durch eine Turbomolekularpumpe vom Typ TW70H der Firma LEYBOLD [135] erzeugt. Der Druck variiert abhängig von der Temperatur des Helium- und Stickstofftanks zwischen 5×10^{-5} und 5×10^{-8} mbar. Der Probenraum bietet in Verbindung mit zwei um 180° versetzten optischen Durchführungen ausreichend Platz

²Im Vergleich zu Bulkmaterialien zeigen sich vergleichbare Verluste, bei bis zu drei Größenordnungen kleineren Resonanzfrequenzen. Dies führt zu deutlich längeren Abklingzeiten τ .

³Hierunter fallen die Zeiten zum Kühlen des gesamten Kryostaten auf 77 K bzw. 5 K sowie das Pumpen des Isolations- und Probenvakuums.

⁴Hierfür wird der Partialdruck des verdampften Heliums mit Hilfe einer Vakuumpumpe erniedrigt und somit die Temperatur abgesenkt.

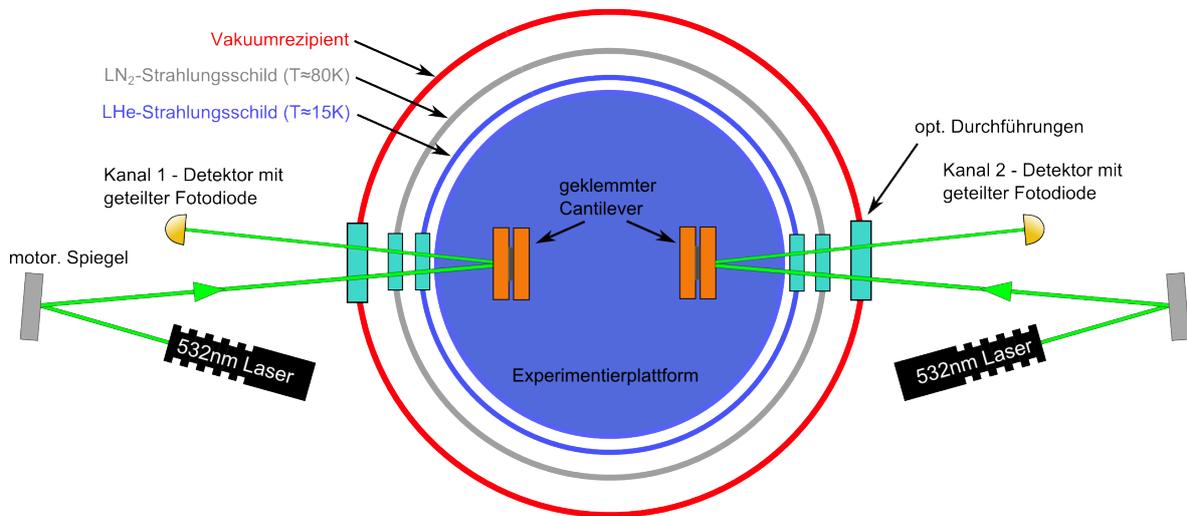


Abb. 5.5: Schematische Darstellung des Zwei-Kanal-Setups zur Messung mechanischer Verluste in einem Temperaturbereich zwischen 5 und 325 K. Detektiert werden die Cantileverschwingungen reflektiv durch zwei um 180° versetzt liegende optische Durchführungen. Das Auslesesystem in Form von Lasern, motorisierten Spiegeln (zur fernsteuerbaren Justage des Strahlengangs) und geteilter Siliziumfotodioden befindet sich wie angedeutet links und rechts des Kryostaten.

für die gleichzeitige Verlustmessung an zwei unabhängigen Cantilevern. Die Temperaturregelung der Proben wird durch einen Temperaturkontroller vom Typ LS 336 der Firma LAKESHORE [94] übernommen.

Vorgekühlt wird der Helium- und Stickstofftank des Kryostaten mit Hilfe von flüssigem Stickstoff. Das Abkühlen der Proben auf etwa 78 K dauert hierbei ca. 25 Minuten, während das Abkühlen aller Strahlungsschilde auf 77 K weitere zwölf Stunden benötigt. Das finale Kühlen des Experiments auf 4,5 K bedarf ca. vier Stunden, wobei auch hier die meiste Zeit für das Abkühlen des Heliumstrahlungsschildes benötigt wird. Abhängig von der durch die Probenheizung eingebrachten Energie verbleibt für ca. zwölf Stunden flüssiges Helium im Kryostaten, bevor dieses nachgefüllt werden muss.

5.2 Unbeschichtete Cantilever aus Silizium - Oberflächenverluste

Nach Gl. (2.10) ist für die Bestimmung des mechanischen Verlustes verschiedener Beschichtungsmaterialien die Verlustmessung eines unbeschichteten Cantilevers von großer Bedeutung. Wie später gezeigt wird, bestimmt dessen Verlauf, in welchem Temperaturbereich die verlässlichsten Aussagen über den reinen Schichtverlust getroffen werden können. Neben der Anwendung von Silizium als Cantileversubstratmaterial für die Untersuchung dünner Schichten soll es in künftigen Generationen von Gravitationswellendetektoren auch

als Element einer monolithischen Aufhängung [136] dienen. Im Vergleich zu amorphen Materialien wie geschmolzenem Quarz⁵ weisen kristalline Stoffe signifikant höhere thermische Ausdehnungskoeffizienten auf, was den minimal erreichbaren Verlust kleiner Strukturen⁶ bzw. das daraus resultierende thermoelastische Rauschen [64] besonders bei Temperaturen über 100 K begrenzt. Daraus ergibt sich, dass die Einsatztemperaturen besagter Materialien bei tiefen Temperaturen liegen. Wie aus Abb. 5.6 eindeutig zu erkennen ist, wird der Verlauf des mechanischen Verlustes eines beispielhaft angegebenen Siliziumcantilevers in einem weiten Temperaturbereich durch die nach Gl. (3.6) berechnete thermoelastische Dämpfung (durchgezogene, schwarze Linie) bestimmt.

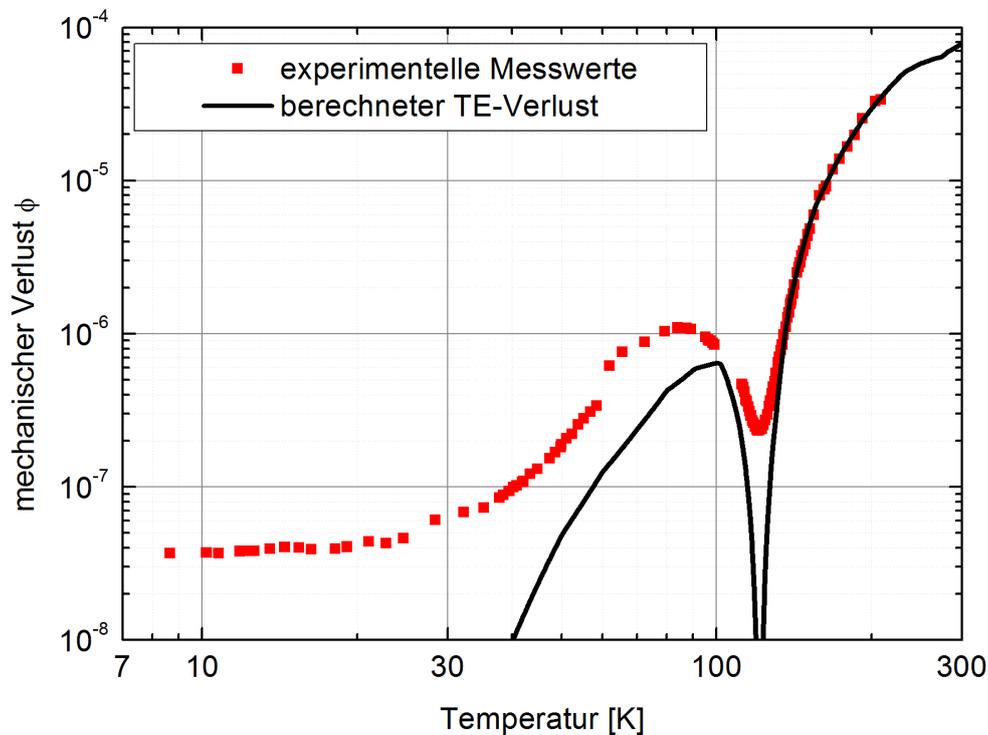


Abb. 5.6: Temperaturabhängiger mechanischer Verlust der Biegemode eines unbeschichteten Siliziumcantilevers bei 18,4 kHz (rote Punkte). Zwischen Raumtemperatur und 50 K wird der minimal erreichbare Verlust durch die thermoelastische Dämpfung (schwarze Linie) begrenzt, wobei sich bei 122 K, bedingt durch den Nulldurchgang des thermischen Ausdehnungskoeffizienten, ein lokales Minimum zeigt. Die Abweichung der Messwerte von der berechneten Kurve unter 50 K ist nach aktuellem Kenntnisstand durch die Beschaffenheit der Oberfläche gegeben [53].

Das bei 120 K auftretende Minimum lässt sich dadurch erklären, dass der lineare thermische Ausdehnungskoeffizient von Silizium bei dieser Temperatur einen Nulldurchgang zeigt. Folglich verschwindet auch die thermoelastische Dämpfung. Die Ursache dafür, dass der gemessene Verlust bei eben dieser Temperatur nicht noch weiter als dargestellt abfällt, ist nach aktueller Kenntnis auf die Beschaffenheit der Probenoberfläche zurückzuführen.

⁵engl.: Fused Silica

⁶Die Dickenausdehnungen liegen bei wenigen zehntel Millimeter oder kleiner.

Weitere Verlustmechanismen, verursacht durch Verunreinigungen, kommen nicht in Frage, da diese eine vergleichsweise lokale Erhöhung des mechanischen Verlustes bewirken (siehe Abschnitt 4.3.2) und nicht wie im vorliegenden Fall eine Erniedrigung. Auch eine elektrostatische Dämpfung kann ausgeschlossen werden.

Für Temperaturen unter 50 K weichen der theoretisch berechnete und gemessene Verlust ebenfalls immer stärker von einander ab. Hier gibt es Indizien [3, 24, 68] auf der Basis von Cantilevern mit Mikro- und Nanometerausdehnung, dass ein Verlustmechanismus, der mit der Beschaffenheit der Oberfläche korreliert, ein unteres Limit darstellt. In diesem Temperaturbereich ist von keiner Begrenzung des Verlustes durch den thermoelastischen Effekt auszugehen. Stattdessen nimmt der Verlust nahe Minimaltemperatur einen konstanten Wert an [53]. Um ausschließen zu können, dass es sich um einen Dämpfungseffekt der natürlicherweise vorhandenen oder künstlich erzeugten Oxidschicht (siehe folgenden Abschnitt) handelt, wurde diese unmittelbar vor Einbau der Probe in den Kryostaten mit Flusssäure entfernt [137].

Für erste Untersuchungen des Oberflächeneinflusses bei tiefen Temperaturen wurden verschiedene Cantilever hergestellt. Diese bestehen aus hochreinem Silizium (100) und besitzen in etwa die in Abb. 5.1 dargestellte Geometrie. Im wesentlichen wurde von zwei Herstellungsprozessen (Nass- und Trockenätzen) Gebrauch gemacht. Tab. 5.2 fasst die wesentlichen Parameter der hergestellten Cantileverchargen zusammen, wobei sich auf einzelne Cantilever beschränkt wurde.

Tab. 5.2: Vergleich der Geometrie-, Ätz- und Rauheitsparameter der untersuchten Siliziumcantilever. Die Dicke der Klemmböcke an jedem Cantilever betrug 525 μm .

| Eigenschaft | Probe 1 | Probe 2 | Probe 3 |
|-------------------------|-------------|--------------|--------------|
| Länge [mm] | 35 ± 2 | $50 \pm 0,2$ | $50 \pm 0,2$ |
| Breite [mm] | $4 \pm 0,2$ | $8 \pm 0,3$ | $8 \pm 0,3$ |
| Dicke [μm] | 50 ± 2 | 130 ± 10 | 130 ± 5 |
| Ätzprozess | nass | trocken | trocken |
| Rauheit [nm] | | | |
| Vorderseite | 33 | 6,8 | 6,2 |
| Rückseite | 0,9 | 1,9 | 337 |

Auffällig ist, dass sich bei den vorliegenden Werten die erreichten Rauheitswerte von Ätzverfahren zu Ätzverfahren unterscheiden⁷. Mit Hilfe des Trockenätzens der Cantilevervorderseiten⁸ wurden so bis zu fünf mal geringere Rauheiten erreicht. Die raue Rückseite

⁷Im Allgemeinen hängt die erreichbare Rauheit nicht vom Ätzprozess, sondern vom Wahl der Prozessparameter ab.

⁸Die Rauheit der Rückseiten wurde durch die vom Waferhersteller durchgeführte mechanische/chemische

von Probe 3 [138] ergab sich nach einem entsprechend geänderten Trockenätzprozess, der vor der Prozessierung des abgedünnten, später freischwingenden Cantilevers eingefügt wurde.

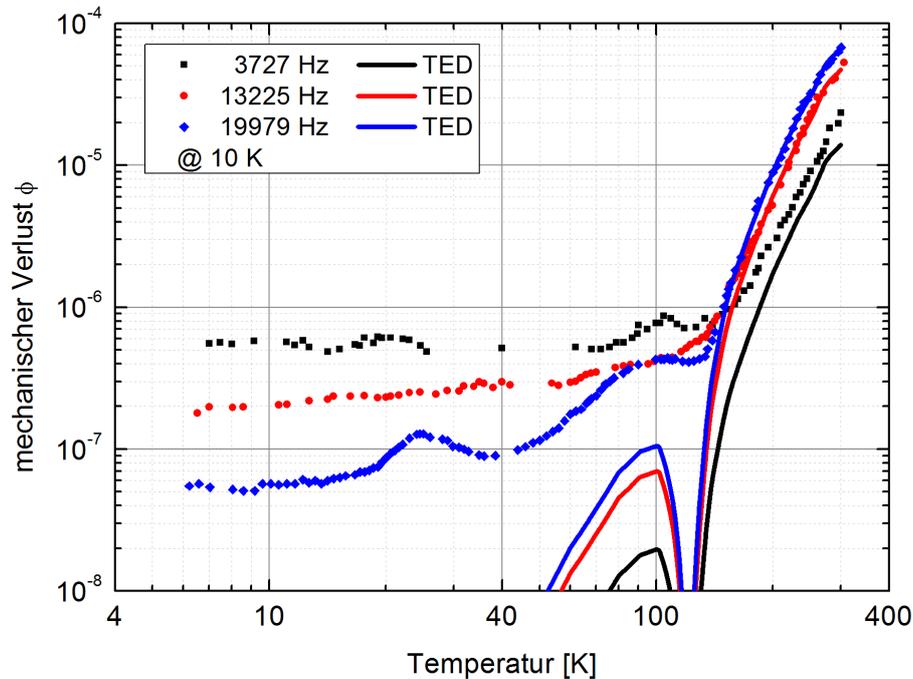


Abb. 5.7: Temperaturabhängiger mechanischer Verlust eines 50 μm dicken, nasschemisch geätzten Cantilevers für 3 Resonanzfrequenzen zwischen 3,7 und 20 kHz. Die durchgezogenen Linien geben das nach Gl. (3.6) berechnete thermoelastische Limit wieder, welches den minimal gemessenen Verlust zwischen 150 und 300 K begrenzt.

Die Ergebnisse des gemessenen mechanischen Verlustes dreier Resonanzfrequenzen des in Tab. 5.2 als Probe 1 aufgeführten Cantilevers zeigt Abb. 5.7. Wie schon zuvor gezeigt, dominiert die thermoelastische Dämpfung den Verlauf aller Moden über 150 K. Der kleinste Verlust mit 5×10^{-8} konnte bei der Mode mit 19,98 kHz beobachtet werden. Die Werte der anderen Biegeschwingungen liegen im Bereich bis 6×10^{-7} . Auffällig im sonst monoton fallenden Verlauf der Werte ist der kleine Verlustanstieg (blaue Kurve) um 23 K. Für einen thermisch aktivierten Prozess müsste der Anstieg auch in den anderen Moden zu sehen sein. Da ihre Verluste in diesem Temperaturbereich aber weit über dem der 19,98 kHz-Mode liegt, könnte der Verlustmechanismus anderweitig überdeckt sein. Eine resonante Kopplung zwischen Cantilever und Klemmung wäre auch eine mögliche Erklärung.

Vergleicht man die temperaturabhängigen Verluste aller in Tab. 5.2 aufgeführten Cantilever für ähnliche Biegemoden⁹, so ergibt sich Abb. 5.8. Da sich die Proben 2 und 3

Politur vorgegeben.

⁹Aufgrund des geometrischen Unterschieds liegen die Biegemoden gleicher Ordnung bei unterschiedlichen Frequenzen. Daher war ein Vergleich der drei Proben bezogen auf eine feste Resonanzfrequenz nicht möglich.

bezüglich ihrer Geometrie sehr ähneln¹⁰, liegen ihre Verluste im thermoelastisch begrenzten Temperaturbereich sehr nah beieinander. Im Temperaturbereich unter 50 K vergrößert sich der Verlustunterschied beider Proben bis hin zur Minimaltemperatur.

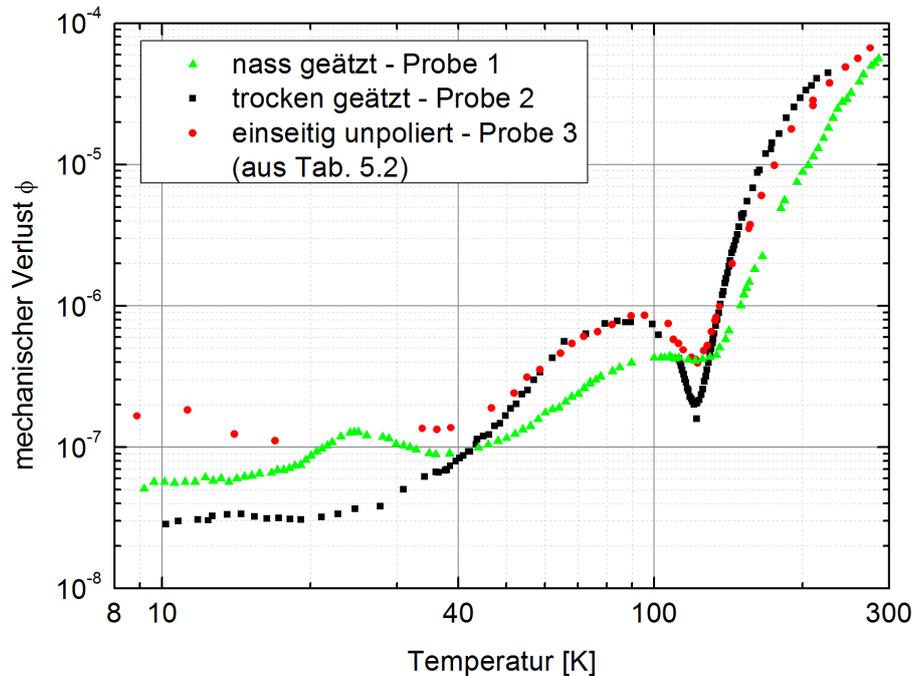


Abb. 5.8: Vergleich des mechanischen Verlustes unterschiedlich oberflächenbehandelter Cantilever.

Eine deutliche Abweichung zu den Verlusten von Probe 2 [81] und 3 zeigt hingegen die weniger als halb so dicke und deutlich kleinere Probe 1. Aus dieser Gegenüberstellung lassen sich drei grundlegende Schlussfolgerungen ableiten:

1. - Bei vergleichbarer Geometrie¹¹ bestimmt die Beschaffenheit der Oberfläche den minimal erreichbaren Verlust.
2. - Bei vergleichbarer Oberflächenbeschaffenheit¹² zeigen dünnere Proben aufgrund des höheren Oberflächen-Volumen-Verhältnisses höhere mechanische Verluste.
3. - Das für die Herstellung der Cantilever gewählte Ätzverfahren beeinflusst die minimale Dicke der gestörten¹³ Oberfläche und folglich den minimal beobachtbaren mechanischen Verlust.

Um an einen Wert für den reinen Oberflächenverlustparameter α_s zu gelangen, wurde Gl. (3.13) mit $\alpha_s = \phi_{mat} d_s$ [69] auf Proben mit unterschiedlichsten Oberflächen-Volumen-

¹⁰Unter Berücksichtigung der gleichen Biegemodeordnung n .

¹¹Einzig die Dicken der Proben 2 und 3 weichen herstellungsbedingt um wenige Mikrometer voneinander ab.

¹²Der aus dem Unterschied der Herstellungsprozesse folgende Rauheitsunterschied findet hierbei keine Beachtung.

¹³Unter gestört werden alle Abweichungen von der einkristallinen Struktur zusammengefasst, z.B. Versetzungen, Risse, umgelagertes Material usw..

Verhältnissen aus eigenen Messungen und verfügbarer Literatur angewendet. Tab. 5.3 fasst die wichtigsten Eckpunkte der verwendeten Werte zusammen. Die darin enthaltenen Einträge 5 - 7 und a wurden im Rahmen dieser Arbeit ermittelt. Für den weitestgehenden Ausschluss anderer intrinsischer Dämpfungseffekte wurden nur Verlustwerte in die Auswertung einbezogen, die bei tiefen Temperaturen $T \leq 10$ K ermittelt wurden.

Tab. 5.3: Zusammenfassung aller Daten für die in Abb. 5.9 dargestellten Punkte zur Bestimmung des Oberflächenverlustparameters.

| # | T (K) | ϕ | μ | Geometrie | Quelle |
|----------|-------|-----------------------|-------|--|-----------------------|
| 1 | 4,8 | $1,5 \times 10^{-4}$ | 2,98 | $220 \mu\text{m} \times 5 \mu\text{m} \times 0,06 \mu\text{m}$ | [139] |
| 2 | 4,2 | $4,0 \times 10^{-5}$ | 2,99 | $300 \mu\text{m} \times 10 \mu\text{m} \times 0,07 \mu\text{m}$ | [3] |
| 3 | 4,2 | $1,2 \times 10^{-5}$ | 2,86 | $260 \mu\text{m} \times 3,9 \mu\text{m} \times 0,29 \mu\text{m}$ | [140] |
| 4 | 6 | $5,0 \times 10^{-6}$ | 2,94 | $470 \mu\text{m} \times 45 \mu\text{m} \times 1,5 \mu\text{m}$ | [141] |
| 5 | 7 | $5,4 \times 10^{-8}$ | 2,96 | $35 \text{ mm} \times 4 \text{ mm} \times 50 \mu\text{m}$ | Probe 1 ¹⁴ |
| 6 | 10 | $2,9 \times 10^{-8}$ | 2,97 | $50 \text{ mm} \times 8 \text{ mm} \times 130 \mu\text{m}$ | Probe 2 ¹⁴ |
| 7 | 5,5 | $6,3 \times 10^{-9}$ | 2,90 | $40 \text{ mm} \times 20 \text{ mm} \times 300 \mu\text{m}$ | [142] ¹⁵ |
| a | 5 | $2,2 \times 10^{-9}$ | 2,36 | $\varnothing 76,2 \text{ mm} \times 12 \text{ mm}$ | [41] |
| b | 2 | $5,0 \times 10^{-10}$ | 0,77 | $\varnothing 106 \text{ mm} \times 229 \text{ mm}$ | [49] |

Nach Gl. (3.13) folgt ein linearer Zusammenhang zwischen minimal erreichtem Verlust und dem dazugehörigen Oberflächen-Volumen-Verhältnis¹⁶. Wie in Abschnitt 3.2.1 bereits erläutert, hängt μ von der Geometrie der Probe und der entsprechend angeregten Schwingungsmode ab. Für die Proben 1 bis 6 wurde dieser Faktor nach Gl. (3.16) abgeschätzt, wodurch sich Werte nahe drei ergaben. Für alle anderen, von der rechteckigen Geometrie abweichenden Substrate erfolgte die Bestimmung von μ mittels Finite-Elemente-Berechnungen (COMSOL) [63]. Es ist auffällig, dass mit zunehmender Substratgröße ($a \rightarrow b$) μ immer kleinere Werte annimmt. Je kleiner also das Oberflächen-Volumen-Verhältnis, desto weniger empfindlich ist der mechanische Verlust der Substratschwingung auf die mikroskopische Beschaffenheit der Oberfläche. Für den linearen Fit der Werte wurde sich daher auf die ersten sieben Proben aus Tab. 5.2 beschränkt. Das hieraus folgende Ergebnis für α_s zeigt Abb. 5.9. Unter der Annahme, dass die minimal erreichten Verluste nicht durch den intrinsischen Materialverlust, sondern durch eine verlustbehaftete Oberfläche begrenzt wurden, verschwindet der Beitrag ϕ_{mat} und der Oberflächenverlustparameter ergibt sich zu $\alpha_s = (0,50 \pm 0,13)$ pm.

¹⁴siehe Tab. 5.2

¹⁵Dem Zitat ist nur die Geometrie der Probe entnommen. Die Verlustwerte wurden mit dem in dieser Arbeit verwendeten Setup ermittelt.

¹⁶Genauer gesagt zwischen minimalem Verlust und dem Produkt aus μ und dem Oberflächen-Volumen-Verhältnis.

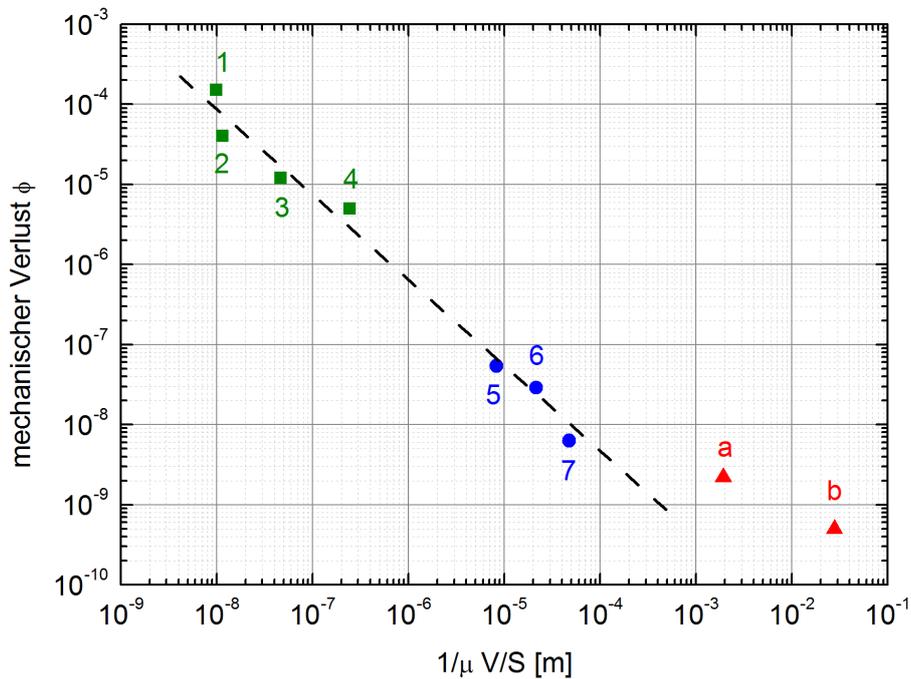


Abb. 5.9: Einfluss des Oberflächen-Volumen-Verhältnisses auf den minimal erreichbaren mechanischen Verlust bei tiefen Temperaturen. Für den dargestellten linearen Fit wurden nur die Proben 1 bis 7 aus Tab. 5.2 einbezogen, da sich die minimal erreichbaren Verluste der Probe a und b zusehends vom linearen Verlauf entfernen. Dies wiederum lässt darauf schließen, dass im Bereich kleiner Oberflächen-Volumen-Verhältnisse intrinsische Verlustprozesse größeren Einfluss zeigen, als die verlustbehaftete Oberfläche.

Abb. 5.9 lässt deutlich erkennen, dass die Werte der mit a und b gekennzeichneten Proben zusehends von der zuvor gefitteten Geraden abweichen, da intrinsische, nicht oberflächenbeeinflusste Prozesse den minimalen Verlust dominieren.

Nimmt man weiterhin an, dass der verlustbehaftete Bereich der Dicke δ homogen über die gesamte Probenoberfläche verteilt ist und in erster Näherung kein Unterschied zwischen den E-Moduln von Substrat und Grenzschicht existiert, so lässt sich aus Gl. (3.14) und $\alpha_s = \phi_{of} \cdot d_s$ ein Ausdruck für den Oberflächenverlust ableiten:

$$\phi_{of} = \frac{\alpha_s}{\delta} \quad . \quad (5.1)$$

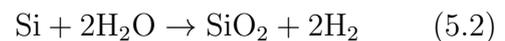
Da zum aktuellen Zeitpunkt keine Werte für die Dicke δ der verlustbehafteten Rand-schicht existieren, wird auf Werte von geschmolzenem Quarzglas zurückgegriffen [68]. Mit Werten im Bereich von $\delta \approx 1 \mu\text{m}$, ergibt sich ein Oberflächenverlust $\phi_{of} \approx 5 \times 10^{-7}$. Dieser Wert liegt bei einem Zwanzigstel des Wertes von Fused Silica. Auch wenn für die erfolgte Abschätzung keine Werte für δ existieren, ist im Umkehrschluss aber nicht davon auszugehen, dass sich die gestörte Schicht bei Silizium um ein Vielfaches von der angenommen unterscheidet, was den großen Unterschied relativieren könnte. Eine Minimierung der Oberflächenverluste kann durch Erwärmen der Substratoberfläche auf bis zu 1000 °C

erfolgen [143]. Der Effekt verliert aber durch die anschließende¹⁷, nicht zu verhindernde Kontamination der Oberflächen an Wirkung. Aus diesem Grund fand der Effekt für die Auswertung der Oberflächenverluste keine weitere Beachtung.

5.3 Thermische Siliziumoxide - SiO₂

Ausgangspunkt der Untersuchung thermischer Oxide war einer der im vorherigen Abschnitt untersuchten unbeschichteten Siliziumcantilever, auf den mit Hilfe nasser, thermischer Oxidation in einem Rohrofen (Typ Ro 4/50 mit Regelung thermicon P) der Firma

HERAEUS INSTRUMENTS bei ca. 1090 °C SiO₂ aufgewachsen wurde. Der Oxidationsprozess:



erfolgte bei Umgebungsdruck in einer einseitig verjüngten Quarzglasröhre, um einerseits die Proben vor dem Staub der Schamotttröhre des Ofens zu schützen und andererseits eine kontrollierte Zuführung von nassem Stickstoffgas zu realisieren. Für die Anreicherung des trockenen Stickstoffgases mit Wasserdampf, wurde das Gas durch eine Gaswaschflasche geleitet, in der sich 92-95 °C heißes Wasser befand. Mit Hilfe des Setups sind Oxidationszeiten zwischen wenigen Sekunden und mehreren Tagen möglich. Gehalten wurden die Proben,

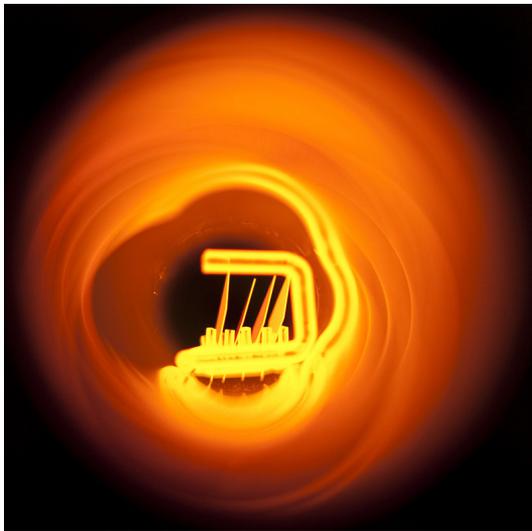


Abb. 5.10: Foto der Oxidation von Cantilevern in einem Rohrofen der Firma HERAEUS INSTRUMENTS. Die Cantilever liegen hierbei etwas nach rechts geneigt auf einem aus geschmolzenen Quarz hergestellten Probenträger.

der Länge nach liegend, auf einem selbst erstellten, in Abb. 5.10 dargestellten Halter aus 4 mm dickem Quarzglas. Oxidiert man den Cantilever mehrmals, so nimmt die Dicke des blanken Siliziumcantilevers durch zwischenzeitliches Abätzen des Oxids mit Flusssäure ab. Aufgrund des Dichteunterschieds zwischen reinem Silizium (Dichte: $\rho_{\text{Si}} = 2,33 \text{ g/cm}^3$) und einer bei ca. 1090 °C nass oxidierten SiO₂-Schicht (Dichte $\rho_{\text{SiO}_2} = 2,19 \text{ g/cm}^3$ [144]), nimmt die Dicke des reinen Siliziums aber nicht um den gleichen Betrag der SiO₂-Dicke ab. Aus der grundsätzlichen Erhaltung der Masse, den jeweiligen auf die atomare Masseneinheit u bezogenen Atommassen für Silizium ($m_{\text{Si}} = 28,1 \text{ u}$) und SiO₂ ($m_{\text{SiO}_2} = 60,1 \text{ u}$) und den erwähnten Dichten lässt sich ableiten, dass nur 44 % der Oxidvolumens aus Sili-

¹⁷Bei Anwendungen wie z.B. Gravitationswellendetektoren ergeben sich schnell Betriebszeiten von Monaten, was z.B. die Wirkung einer thermischen Oberflächenreinigung zunichte macht.

zium bestehen.

Um die Oxidationsraten des Setups zu bestimmen, wurden verschiedene Siliziumproben unterschiedlich lang oxidiert und die Oxiddicke mit einem eigens für diesen Zweck gebauten Reflektometer vermessen.

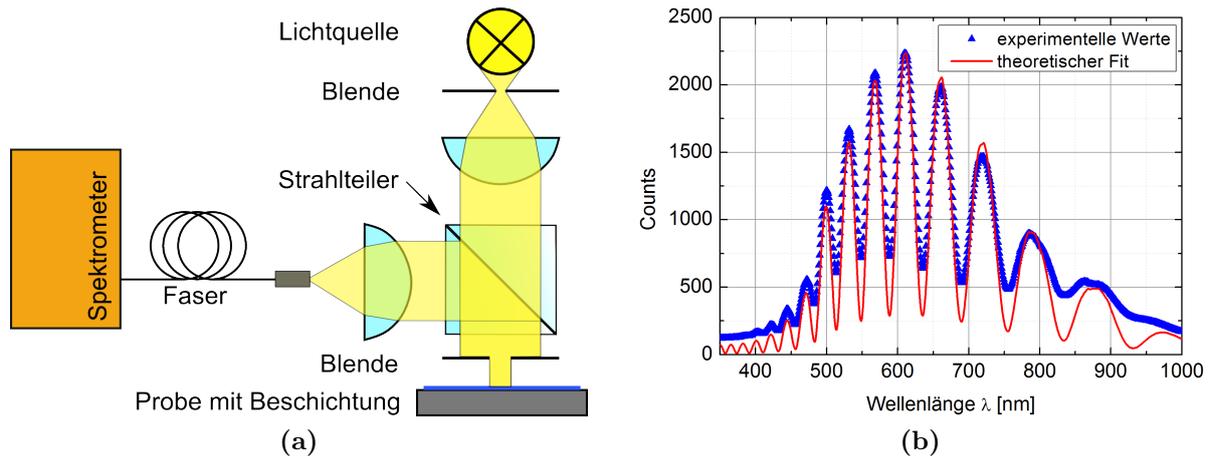


Abb. 5.11: (a) - Schematischer Aufbau des für die Schichtdickenmessung verwendeten Reflektometers. Das von einer Wolframlampe kommende Licht wird mit Hilfe einer Blenden-Linsen-Kombination parallelisiert und durch einen Strahlteiler hindurch auf die Probe geführt. Dort reflektiert, erfolgt im Strahlteiler eine Reflexion nach links mit anschließender Fokussierung in eine Glasfaser, mit deren zweiten Ende ein Spektrometer verbunden ist. (b) - Vergleich der experimentellen (blau) und theoretischen Werte (rot) eines an einer 2717 nm dicken SiO_2 -Schicht reflektierten Spektrums.

Das Messprinzip des Reflektometers (siehe Abb. 5.11 (a)) bedient sich der Interferenz an dünnen Schichten [145, 146]. Abhängig von der Schichtdicke und dem Material (Brechzahl) zeigen sich mit zunehmender Schichtdicke immer mehr Maxima im Spektrum. Wie in Abb. 5.11 (b) anhand der Messwerte dargestellt, lässt sich die Lage und Anzahl der Maxima numerisch berechnen und durch die geeignete Wahl der Schichtdicke annähern. Im vorliegenden Fall lag die Dicke der Oxidschicht bei 2717 nm. Zum Vergleich wurden alle Schichtdicken mit einem kommerziellen Reflektometer vermessen, da das Eigenbaureflektometer besonders bei Schichtdicken unter 150 nm an Auflösung verliert. Zum einen kommt das daher, dass sowohl die Emissionsleistung der Strahlungsquelle wie auch die Empfindlichkeit der CCD-Zeile im Spektrometer keine auswertbaren Maxima unter 450 nm Wellenlänge liefern. Zum Anderen nimmt der Abstand zwischen den Maxima bei hinreichend kleiner Schichtdicke soweit zu, bis nur noch ein sehr breites Maximum zu verzeichnen ist.

Abb. 5.12 lässt sich entnehmen, dass bereits nach dreitägiger Oxidation der Oxidzuwachs auf unter 8 nm/h gefallen ist. Durch die immer dicker werdende Oxidschicht sinkt die Menge an hindurch diffundierendem Sauerstoff, was die Oxidationsrate immer weiter fallen lässt. Mit dem Verlauf der bestimmten Oxidationsrate sind daher innerhalb von einer

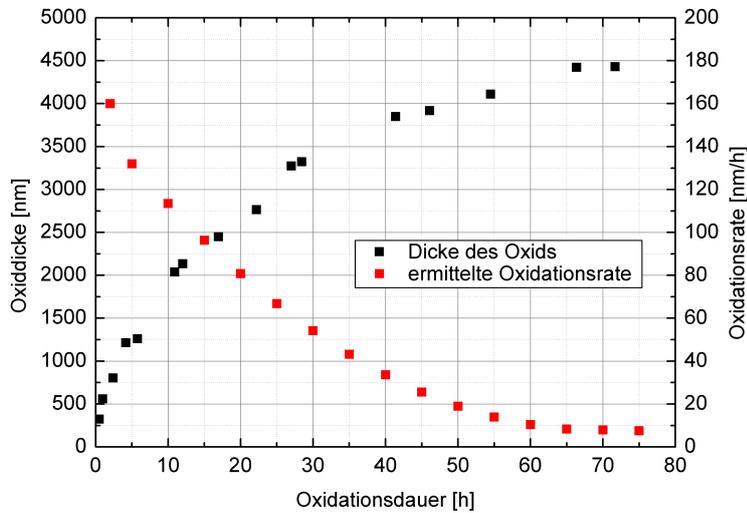


Abb. 5.12: Experimentelle Messwerte (schwarz) zur Bestimmung der Oxidationsraten (rot). Nach drei Tagen Oxidation nimmt die Wachstumsrate bereits auf unter 8 nm/h ab. Bestimmt wurde die Oxidationsrate aus der Ableitung eines polynomiellen Fits zweiter Ordnung der schwarz dargestellten Messwert.

Woche Oxiddicken¹⁸ um etwa 5 μm möglich.

Für die Untersuchung des Einflusses der Oxiddicke auf den mechanischen Verlust des Schichtmaterials und zur Identifikation von Interfaceeffekten wurden thermisch oxidierte

Tab. 5.4: Übersicht aller durchgeführten Oxidationsschritte an einem 50 μm dicken Cantilever aus Silizium. Alle angegebenen Schichtdicken beziehen sich auf die gemessenen Werte, also eine einseitige Oxidschicht. Die letzte Spalte beinhaltet die Dicke des verbleibenden unoxidierten Siliziums nach dem jeweiligen Oxidationsschritt für die Abschätzung der thermoelastischen Dämpfung.

| # | Oxidationsdauer [h:min] | Schichtdicke [nm] | blanke Cantileverdicke [μm] |
|----|-------------------------|-------------------|--|
| 1 | 02:23 | 800 | 49,30 |
| 2 | 04:10 | 1215 | 48,23 |
| 3 | 02:30 | 837 | 47,49 |
| 4 | 00:58 | 554 | 47,00 |
| 5 | 00:30 | 324 | 46,71 |
| 6 | 00:20 | 75 | 46,64 |
| 7 | 00:10 | 40 | 46,60 |
| 8 | 12:00 | 2146 | 44,71 |
| 9 | 28:26 | 3323 | 41,79 |
| 10 | 26:50 | 2717 | 39,40 |

Schichten¹⁹ zwischen 40 und 3323 nm auf einem 50 μm dicken Cantilever hergestellt (siehe Tab. 5.4). Da die Oxidation des Cantilevers allseitig erfolgt, verdoppelt sich die zu

¹⁸D.h. ohne Änderung der Oxidationstemperatur, des Massenflusses an Stickstoffgas oder der Wassertemperatur wird sich auch nach deutlich mehr Oxidationszeit ein nur wenige hundert Nanometer dickeres Oxid bilden.

¹⁹Die während Oxidationsschritt # 3 aufgewachsene Schicht wurde aufgrund ihrer geringen Abweichung zu Schritt # 1 ohne eine Verlustmessung unmittelbar abgeätzt. Sie ist nur für die korrekte Berechnung der Cantileverdicke von Interesse.

beachtende Schichtdicke für die spätere Berechnung des reinen Schichtverlustes. Tab. 5.4 zeigt, dass bei dickeren Schichten beginnend, die Oxiddicke immer kleiner gewählt wurde, bis bei 40 nm das Minimum erreicht war. Das hat den Grund, dass durch mehrfaches Ätzen der dickeren Oxidschichten mit Flusssäure die durch die mechanische Bearbeitung gestörte Siliziumoberfläche entfernt und der reine Verlust des unoxidierten Cantilevers (leere grüne Quadrate in Abb. 5.13) in Grenzen gesenkt werden kann. Auf diese Art und Weise konnte eine größere Empfindlichkeit für den Verlustbeitrag weniger zehn Nanometer dicker Schichten erreicht werden. Außerdem sank mit der zunehmenden Zahl der Oxidschichten auch die Dicke des Cantilevers (siehe Tab. 5.4 Spalte 4), was die Gewichtung des Schichteinflusses weiter erhöhte (siehe Gl. (2.12)).

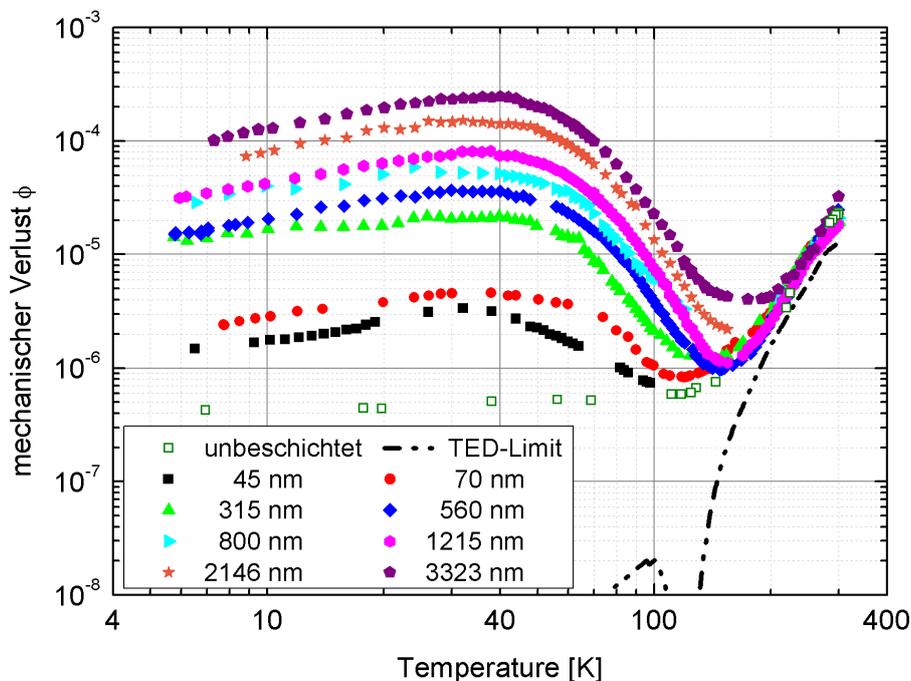


Abb. 5.13: Mechanischer Verlust der Biegeschwingung (3,5 kHz) eines blanken (leere Quadrate) und mit unterschiedlich dicken SiO_2 -Schichten oxidierten Siliziumcantilevern zwischen 6 und 300 K. Die unterschiedlichen Farben repräsentieren die jeweilige Schichtdicke zwischen 90 und 6650 nm. Mit zunehmender Schichtdicke steigt auch der gemessene mechanische Verlust ϕ , der bei Temperaturen über 150 K durch das thermoelastische Limit (Strich-Punkt-Punkt-Linie) des Siliziumcantilevers gegeben ist.

Alle Oxidschichten (siehe Abb. 5.13) verhalten sich zwischen 175 und 300 K qualitativ nahezu gleich und zeigen keine nennenswerten Abweichungen voneinander. In diesem Temperaturbereich dominiert die thermoelastische Dämpfung des Siliziumcantilevers. Dies wiederum bedeutet, dass in diesem Bereich kaum verlässliche Aussagen über den Schichtverlust getroffen werden können. Erst bei tieferen Temperaturen steigt der Einfluss der Oxidschichten und damit die Genauigkeit der Angaben zum Schichtverlust. Neben der Zunahme des gemessenen Verlustes mit der Schichtdicke, zeigt sich auch eine leichte Ver-

schiebung des Verlustmaximums um 35 K hin zu höheren Temperaturen.

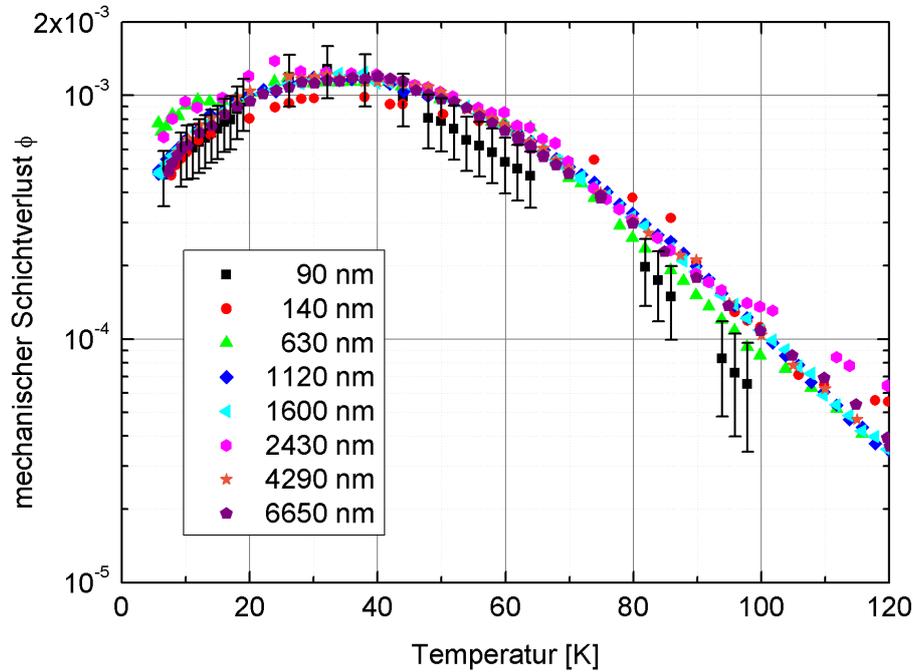


Abb. 5.14: Berechneter, temperaturabhängiger Schichtverlust verschieden dicker Siliziumdioxidschichten auf einem Siliziumcantilever. Die Resonanzfrequenz der Biegeschwingung lag bei ca. 3,5 kHz. Obwohl die dünnsten SiO_2 -Schichten den scheinbar geringsten Schichtverlust zeigen, stimmen die errechneten Werte aller Schichtdicken innerhalb ihrer Fehlergrenzen, die exemplarisch nur für die 90 nm-Schicht angegeben sind, überein.

Bemerkenswert ist, dass sich bis hin zu den dünnsten Oxiden [147] die nahezu gleiche Temperaturabhängigkeit des Verlustes zeigt, die auch an Bulkproben aus Fused Silica zu beobachten ist (siehe Abb. 1.5 aus Abschnitt 1.3).

Nach Abzug des Verlustbeitrags durch den blanken Siliziumcantilever ergibt sich Abb. 5.14 mit der Darstellung des reinen Schichtverlustes. Innerhalb der Fehlergrenzen des Mess- und Auswerteverfahrens stimmen die Werte für alle Schichtdicken überein. Die Verschiebung des Verlustmaximums in Abhängigkeit von Schichtdicke und Temperatur ist in dieser Darstellung hingegen kaum zu erkennen.

Die Auswertung der einzelnen Resonanzfrequenzen zeigt für jeden Schritt der Oxidation die charakteristische Abhängigkeit des Verlustmaximums von der Resonanzfrequenz, wie sie in Abb. 5.15 zu erkennen ist. Wie bei den Bulkmessungen im vorhergehenden Kapitel deutet dieser Umstand ebenfalls auf einen thermisch aktivierten Prozess. Die fehlende Fernordnung im amorphen Festkörper scheint bei SiO_2 dafür verantwortlich zu sein, dass es sich aber nicht um einen einzelnen Debyepeak, sondern um eine Verteilung mehrerer handelt. Trotz dieses Umstandes wurde das Maximum des Verlustspektrums gemäß Abschnitt 3.1.4 ausgewertet, um eine mittlere Aktivierungsenergie E_a und Relaxationskonstante τ zu ermitteln.

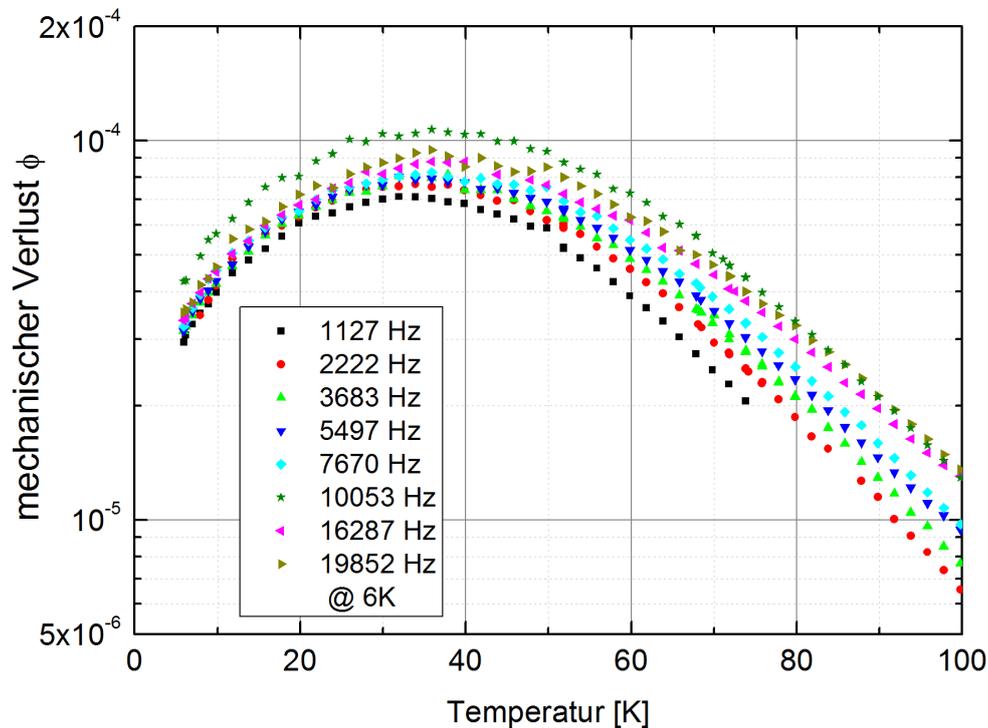


Abb. 5.15: Detaildarstellung des Verlustmaximums eines thermisch oxidierten Cantilevers (1215 nm Schichtdicke) bei 35 K. Mit zunehmender Frequenz steigt auch die Temperatur, bei der der maximale Verlust jeder Mode auftritt. Lässt man die Resonanz bei 10053 Hz außer Acht (bei dieser Mode handelt es sich nicht um eine Biege, sondern eine Torsionsmode), so kann man erkennen, dass der Verlust mit zunehmender Frequenz ebenfalls steigt.

Abb. 5.16 zeigt exemplarisch für eine Schichtdicke von 3323 nm den zugehörigen Arrheniusgraphen. Die ermittelte Aktivierungsenergie E_a beträgt 62,3 meV, bei einer Relaxationskonstante τ_0 von $9,5 \times 10^{-14}$ s. Wie zu erkennen ist, trägt die Temperaturbestimmung maßgeblich zum Fehler der einzelnen Messpunkte bei. Die Unsicherheit der Frequenzmessung ist hingegen kleiner als die Größe der blauen Messwertquadrate. Für alle anderen Schichtdicken ergeben sich die in Tab. 5.5 aufgelisteten Werte.

Trägt man die in Tab. 5.5 aufgeführten Werte der ermittelten Aktivierungsenergien über der Schichtdicke auf, so ergibt sich Darstellung 5.17. Für Schichtdicken, die gegen Null gehen, zeichnet sich eine minimale, von Null verschiedene Aktivierungsenergie²⁰ von ca. 35 meV ab. Die nicht verschwindende Aktivierungsenergie gibt Grund zu der Annahme, dass es sich um einen Interface-Effekt handelt. Die Herstellung noch dünnerer Oxidschichten für die Untersuchung dieses Effekts wäre zwar ohne großen Aufwand möglich, der Effekt der dünnen Oxidschicht auf dem Cantilever würde aber immer geringer ausfallen. Das dünnste Oxid verursachte schon nur noch eine Verluständerung um den Faktor zwei im

²⁰Abb. 5.17 lässt den Schluss zu, dass die Aktivierungsenergie für kleiner werdende Schichtdicken nicht gegen Null läuft.

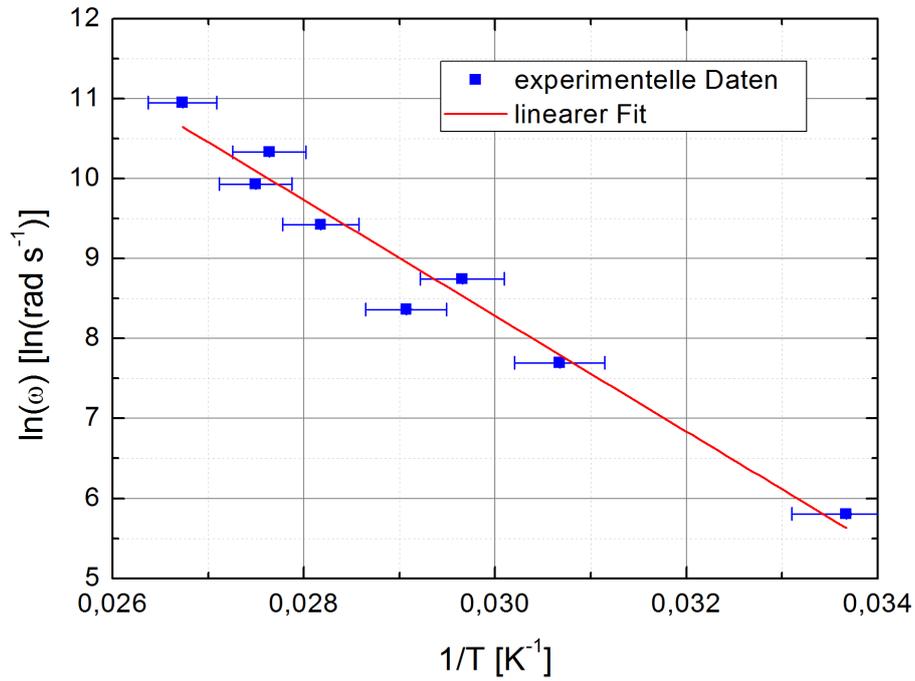


Abb. 5.16: Arrheniusplot für eine Oxidschichtdicke von 3323 nm für acht verschiedene Resonanzfrequenzen zwischen 52 Hz und 9,1 kHz. Die ermittelte Aktivierungsenergie E_a beträgt 62,3 meV, bei einer Relaxationskonstante von $\tau = 9,5 \times 10^{-14}$ s.

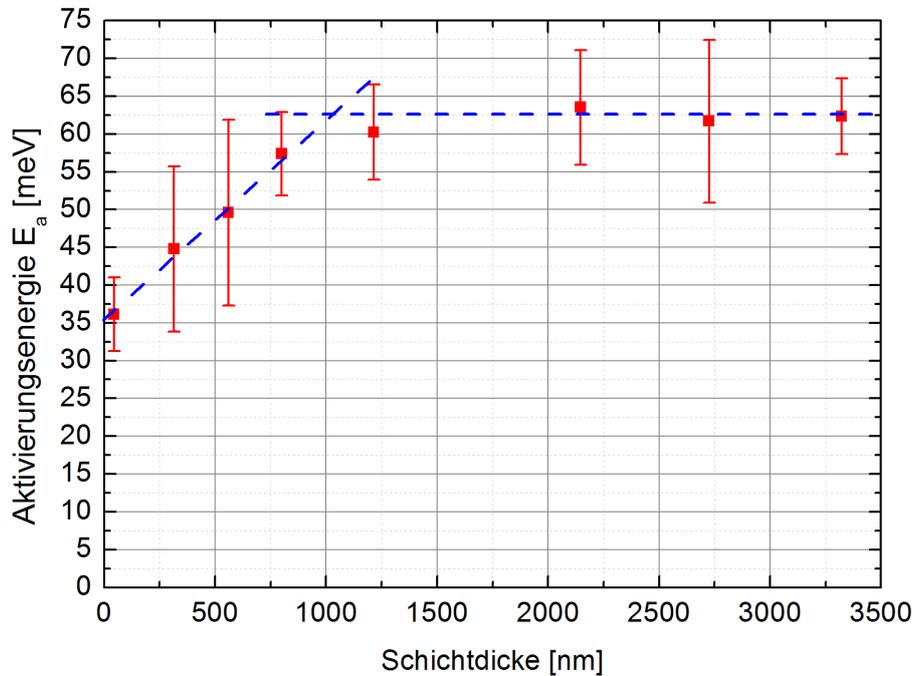


Abb. 5.17: Abhängigkeit der Aktivierungsenergie von der Dicke der Siliziumdioxidschicht zwischen 45 und 3323 nm. Zu sehr dünnen Oxiden hin scheint sich ein Minimalwert um 35 meV einzustellen. Bis 1200 nm steigt die Aktivierungsenergie und mündet für noch größere Werte in einen Sättigungswert um ca. 62 ± 2 meV (blau horizontale Strichlinie).

Tab. 5.5: Übersicht der Aktivierungsenergien und Relaxationskonstanten für unterschiedliche Oxidschichtdicken zwischen 45 und 3323 nm.

| Schichtdicke [nm] | Aktivierungsenergie E_a [meV] | Relaxationskonstante τ_0 [s] |
|-------------------|---------------------------------|-----------------------------------|
| 45 | $36,1 \pm 4,9$ | $1,8 \times 10^{-10}$ |
| 315 | $44,8 \pm 10,9$ | $1,3 \times 10^{-11}$ |
| 560 | $49,6 \pm 12,3$ | $4,9 \times 10^{-12}$ |
| 800 | $57,4 \pm 5,5$ | $2,0 \times 10^{-13}$ |
| 1215 | $60,2 \pm 6,3$ | $1,5 \times 10^{-13}$ |
| 2146 | $63,5 \pm 7,6$ | $4,0 \times 10^{-14}$ |
| 2725 | $61,7 \pm 11,7$ | $1,6 \times 10^{-13}$ |
| 3323 | $62,3 \pm 5,0$ | $9,5 \times 10^{-14}$ |

Vergleich zum blanken²¹ Siliziumcantilever. Um also noch dünnere Oxide untersuchen zu können wäre ein noch dünnerer Cantilever notwendig gewesen. Vergrößert sich hingegen die Schichtdicke auf 1215 nm, so steigt auch die Aktivierungsenergie. Für noch größere Oxiddicken scheint ein Sättigungswert erreicht zu sein, der bei ca. (62 ± 2) meV liegt. Die Herstellung noch dickerer Oxide würde, wie zu Beginn bereits betrachtet, enorm lange Oxidationszeiten notwendig machen. Beim verwendeten Oxidationsequipment wäre die Obergrenze für das aufwachsende Oxid aber ohnehin bei ca. 5 μm erreicht.

Der Vergleich der Aktivierungsenergien von thermisch oxidiertem Silizium und Fused Silica in Bulkform zeigt, dass Fused Silica mit 43 meV innerhalb des beobachteten Bereichs dünner Schichten liegt. Obwohl chemisch identisch, scheint die Herstellung großen Einfluss auf die innere Struktur zu haben, was zu unterschiedlichen Ergebnissen führt. Fused Silica wird anders als das thermische Oxid durch das Aufschmelzen kleiner, synthetisch hergestellter SiO_2 -Partikel in einer Wasserstoff-Sauerstoff-Flamme hergestellt.

Abschließend lässt sich festhalten, dass thermische Oxidschichten unter 1 μm Dicke einen linearen Zusammenhang zwischen Schichtdicke und Aktivierungsenergie aufweisen. Für eine Schichtdicke von Null zeigt sich eine von Null verschiedene Aktivierungsenergie von ca. 35 meV. Bis 1 μm steigt die Aktivierungsenergie und ermöglicht es, den Tieftemperaturpeak in den mechanischen Verlusten im Bereich weniger Kelvin zu höheren Temperaturen zu verschieben. Für Schichtdicken größer 1 μm stellt sich diesbezüglich keine Änderung mehr ein, da hier eine konstante Aktivierungsenergie von ca. 62 meV erreicht ist. Weiterhin bleibt zu erwähnen, dass innerhalb der vorhandenen Messunsicherheiten keine Änderung des mechanischen Schichtverlustes zu beobachten war.

²¹Unmittelbar vor der Verlustmessung am unoxidierten Cantilever wurde dieser in 1%-Flusssäure für 30 min aufbewahrt, um das natürliche, sofort vorhandene Oxid auf wenige Angström zu minimieren.

5.4 Tantalpentoxid - Ta₂O₅

Tantalpentoxid gehört, was die optischen Parameter angeht, die zu Beginn des Kapitels genannt worden, zu einem der am besten beherrschten dielektrischen Materialien für die Verwendung in hochreflektierenden Schichtstapeln. Im Gegensatz zu den niedrigen optischen Verlusten zeigt Ta₂O₅ vergleichsweise hohe mechanische Verluste [148]. Untersuchungen des mechanischen Verlustes in einem Temperaturbereich zwischen 5 und 300 K wurden u.a. durch Kroker [138] an elektronenstrahlverdampftem Ta₂O₅ und in Zusammenarbeit mit Martin et al. [149, 150] an ionenstrahlgesputtertem Ta₂O₅ durchgeführt. Aus diesem Grund soll an dieser Stelle nicht weiter auf das Verhalten einer reinen Schicht, sondern deren mögliche Nachbehandlung eingegangen werden.

5.4.1 Einfluss thermischer Nachbehandlung auf mechanische Schichtverluste

Eine gängige Methode der Nachbehandlung dielektrischer Schichten ist das Tempern bei Temperaturen bis 650 °C [151]. Mit Hilfe des Temperns soll erreicht werden, dass sich während des Abscheidungsprozesses der Schichten entstandene mechanische Spannungen abbauen können. Es ist davon auszugehen, dass eine Wärmebehandlung bei einigen 100 °C zu Umordnungen [152] im amorphen Festkörper führen. Eine gemeinsame Veröffentlichung mit Martin et al. [153] zeigt die Änderung des mechanischen Verlustes durch anschließende Wärmebehandlungen verschiedener Temperaturen im Anschluss an den Abscheidungsprozess. Es zeigt sich, dass ab Temperaturen von ca. 600 °C eine Veränderung des mechanischen Verlustes zu beobachten ist. Um etwa 25 K formt sich ein Peak, der den Verlust um etwa einen Faktor zwei ansteigen lässt. Laut Aussage des Autors beginnt erst ab 800 °C die Kristallisation der amorphen Ta₂O₅-Schicht, da ab dieser Temperatur ein gewisser Grad an Kristallinität durch TEM-Aufnahmen nachgewiesen werden konnte. Um zu untersuchen, ob nicht bereits bei tieferen Temperaturen im Bereich der Tempertemperatur zum Ausheilen der Schichtspannungen eine Kristallisation einsetzt, wurden die Proben bei 600 °C zwischen ein und drei Tagen in einem Rohrofen in Umgebungsatmosphäre gehalten. Im Temperaturprofil des Ofens war vorgesehen, dass die Probe innerhalb von drei Stunden mit einem linearen zeitlichen Regime auf Betriebstemperatur gebracht und dort für 24, 48 und 72 h gehalten wurde. Das jeweils anschließende Abkühlen erfolgte nahe der Betriebstemperatur ebenfalls linear, mit weiter abnehmender Temperatur aber zusehends durch die Isolation des Ofens bedingt immer langsamer²².

Abb. 5.18 zeigt die Veränderung des mechanischen Verlustes vom unbehandelten Zustand

²²Im Vergleich zum Aufwärmen, dauerte das Abkühlen ca. fünf Stunden.

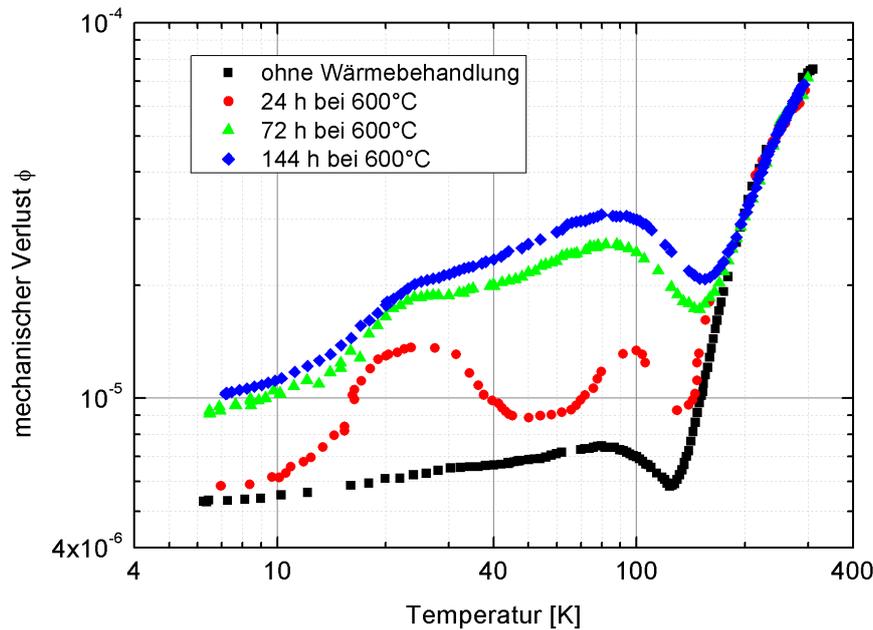


Abb. 5.18: Temperaturabhängiger mechanischer Verlust eines mit 500 nm Tantalpentoxid beschichteten Cantilevers für unterschiedlich lange Wärmebehandlungen bei einer fixen Temperatur von 600°C. **schwarz** - Beschichtung ohne Nachbehandlung aus dem Beschichtungsprozess, **rot** - Wärmebehandlung über 24 h, **grün** - zusätzliche 48 h zur ersten Wärmebehandlung, **blau** - finale Wärmebehandlung mit insgesamt 144 h.

nach der Beschichtung²³ (schwarze Quadrate) bis zum Endzustand (blaue Rhomben) nach 144 h bei 600 °C. Wie bei den Werten von Martin, zeigt sich um 25 K ein Anstieg der Verluste (rote Kreise). Zusätzlich taucht ein zweiter Anstieg um 90 K auf. Weiteres Tempern (grüne Dreiecke) erhöht den Verlust über einen breiten Temperaturbereich um bis zu 100 %, wobei die zuvor genannten Verlustpeaks bei 25 und 90 K immer noch zu erkennen sind. Der finale Schritt führt zu einer zusätzlichen Steigerung von maximal 20 %. Oberhalb von 160 K wird der Schichtverlust vom thermoelastischen Verlust des blanken Cantilevers übertroffen. Für Temperaturen größer 160 K ist daher keine aussagekräftige Abschätzung des Schichtverlustes möglich. Eine Temperaturverschiebung der beiden beobachteten Peaks durch das Tempern konnte auf der Basis der erhaltenen Ergebnisse nicht festgestellt werden und bedarf deshalb weiterführender Untersuchungen.

Die rein visuelle Betrachtung der Ta_2O_5 -Schicht nach jedem Temperschnitt zeigte eine zunehmende Ausbildung von unregelmäßigen Strukturen, die auf die Bildung kleiner Kristalle schließen lässt. Basierend auf dieser Erkenntnis, ist beim Tempern von hochreflektierenden Beschichtungen aus Ta_2O_5 zu beachten, dass diese bei möglichst niedrigen Temperaturen unterhalb von 600 °C erfolgen sollte.

²³Bei Temperaturen über 130 K wird der gemessene Verlust durch den thermoelastischen Verlust des verwendeten Siliziumcantilevers bestimmt.

5.4.2 Ionenimplantation in Tantalpentoxid

Eine weitere Möglichkeit der Beeinflussung des mechanischen Schichtverlustes bietet die gezielte Dotierung der Schicht mit Fremdatomen. In [149, 150] wird gezeigt, dass ionenstrahlgesputtertes Ta_2O_5 mit 14,5 % TiO_2 dotiert, zu einer Reduzierung des Verlustes um ca. 30 % führt. Mit Hilfe gezielt eingebrachter Fremdatome scheint es möglich zu sein, z.B. Platzwechselprozesse im Festkörper einzuschränken, da Zustände durch die Anwesenheit der Ionen blockiert werden, was die zusätzliche Dissipation von Schwingungsenergie verhindert.

Zur Untersuchung des Einflusses zusätzlich eingebrachter Fremdionen wurden im Institut für Festkörperphysik mit Hilfe eines Beschleunigers Silberatome in eine unbehandelte, elektronenstrahlverdampfte Ta_2O_5 -Schicht implantiert. Silber wurde deshalb gewählt, da es vergleichsweise einfach zu handhaben ist und aufgrund seiner Masse einen größeren Effekt erwarten lässt, als z.B. Wasserstoff oder Helium. Außerdem liegt es mit seiner Massenzahl (Massenzahl Ag: 47) weit genug von Tantal (Massenzahl Ta: 73) und Silizium (Massenzahl Si: 14) entfernt, um nachträglich massenzahlspezifische Methoden zur experimentellen Verteilungscharakterisierung anwenden zu können.

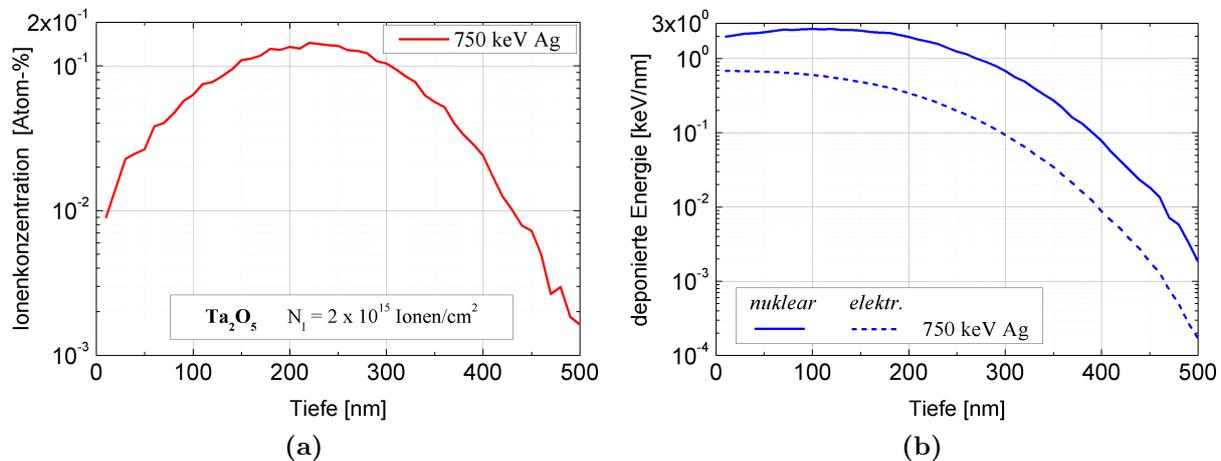


Abb. 5.19: Numerischen Simulationen mit *SRIM* zur (a) - Implantationsverteilung von zweifach ionisierten Silberionen mit einer Energie von 750 keV in einer 500 nm dicken Ta_2O_5 -Schicht auf einem Siliziumcantilever. Die Energie der Implantation wurde so gewählt, dass das Maximum der Verteilungsfunktion in der Mitte der dielektrischen Schicht liegt. (b) - Verteilung der eingebrachten Energie beim Thermalisieren des Silberionen in der Schicht, aufgeteilt in nuklearen und elektronischen Anteil.

Die Silberatome waren zweifach ionisiert und hatten eine Energie von 750 keV. Der gesamte, freischwingende Teil des Cantilevers wurde dabei mit einer Fluenz von $2 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ bestrahlt. Die Dichteverteilung²⁴ der implantierten Silberionen entspricht dem in Abb.

²⁴Der Wert Null auf der Tiefenachse entspricht der Oberfläche der dielektrischen Schicht, der Wert bei 500 nm der Stelle des Übergangs von Ta_2O_5 zum Siliziumcantilever.

5.19 (a) dargestellten Profil. Die Verteilung wurde mit der Software *SRIM*²⁵ [154] berechnet, wobei die Energie der Silberionen speziell angepasst wurde, sodass das Maximum der Verteilungsfunktion nahe der Mitte der Ta_2O_5 -Schicht liegt. Auf diese Art und Weise sollte sichergestellt werden, dass die erreichte Veränderung der Schicht möglichst²⁶ homogen verteilt ist und nur ein kleiner Teil der Silberionen das darunter liegende Silizium erreicht.

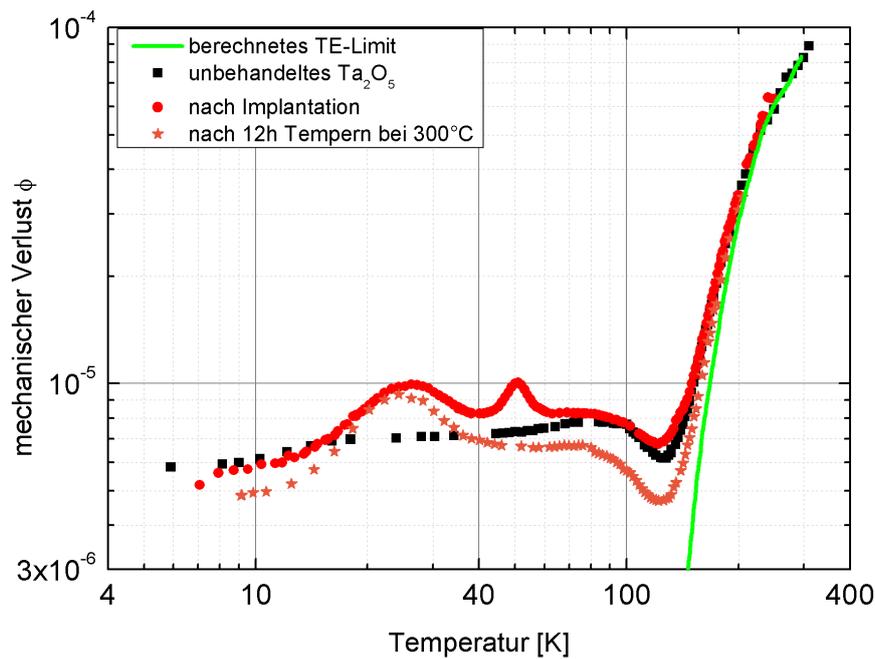


Abb. 5.20: Temperaturabhängiger mechanischer Verlust eines mit 500 nm Ta_2O_5 beschichteten Cantilevers vor und nach Ionenimplantation mit Silberionen, sowie nach anschließender Wärmebehandlung. **schwarz** - unbehandeltes, elektronenstrahlverdampftes Ta_2O_5 auf einem Siliziumcantilever, **rot** - nach erster Ionenimplantation, **orange** - nach weiterem dreistündigen Tempern bei 300 °C. Die durchgezogene, **grüne** Linie repräsentiert das thermoelastische Limit des Siliziumcantilevers und zeigt, dass ein wesentlicher Effekt der Implantation nur bei Temperaturen unter 150 K zu beobachten ist.

Die Auswirkungen der Implantation auf den mechanischen Verlust sind in Abb. 5.20 exemplarisch für eine Biegeschwingung bei 19,5 kHz dargestellt. Die unbehandelte Ta_2O_5 -Schicht (schwarze Quadrate) verhielt sich hierbei wie im vorangehenden Abschnitt bereits beschrieben. Nach der ersten Implantation zeigten sich bei ca. 25 und 50 K Verlustpeaks. Für den Peak um 50 K gibt es mehrere Ansätze einer Erklärung. Nach Liu [155–157] ließe sich der Anstieg durch Strahlenschäden im kristallinen Silizium erklären und folglich durch eine Wärmebehandlung wieder beseitigen. Abb. 5.19 (a) lässt sich entnehmen, dass ein kleiner Teil der implantierten Ionen die gesamte Tantalpentoxidschicht durchdrungen

²⁵SRIM - The **S**topping and **R**ange of **I**ons in **M**atter

²⁶Bei den weiterführenden Experimenten wird versucht werden, dass die Energie während des Implantationsprozesses variiert wird. Das sich damit zeitlich bewegende Maximum der Verteilung erlaubt folglich eine noch homogenere Verteilung der Ionen.

haben und bis ins Silizium gelangt sind. Vernachlässigt man rückgestreute Ionen beim Implantationsvorgang und integriert über den Verlauf des Simulationsdaten, so gelangen weniger als 0,2% aller Ionen ins Silizium. Ein Blick auf Abb. 5.19 (b) verrät aber, dass die bis ins Silizium reichenden Ionen weniger als 2 eV/nm an Energie im Silizium deponieren können. Für Halbleiter wird davon ausgegangen, dass 10...40 eV [158] oder w an Energie notwendig sind, um ein Atomgitter zu stören und Defekte zu erzeugen. Zusätzlich wäre die leicht gestörte Schicht im Bereich des Interfaces sehr dünn.

Um ausschließen zu können, dass es sich um einen Strahlenschaden in der Grenzschicht des Siliziums handelt, wurden jeweils Ramanspektren für implantierte und nicht-implantierte Grenzschichten aufgenommen.

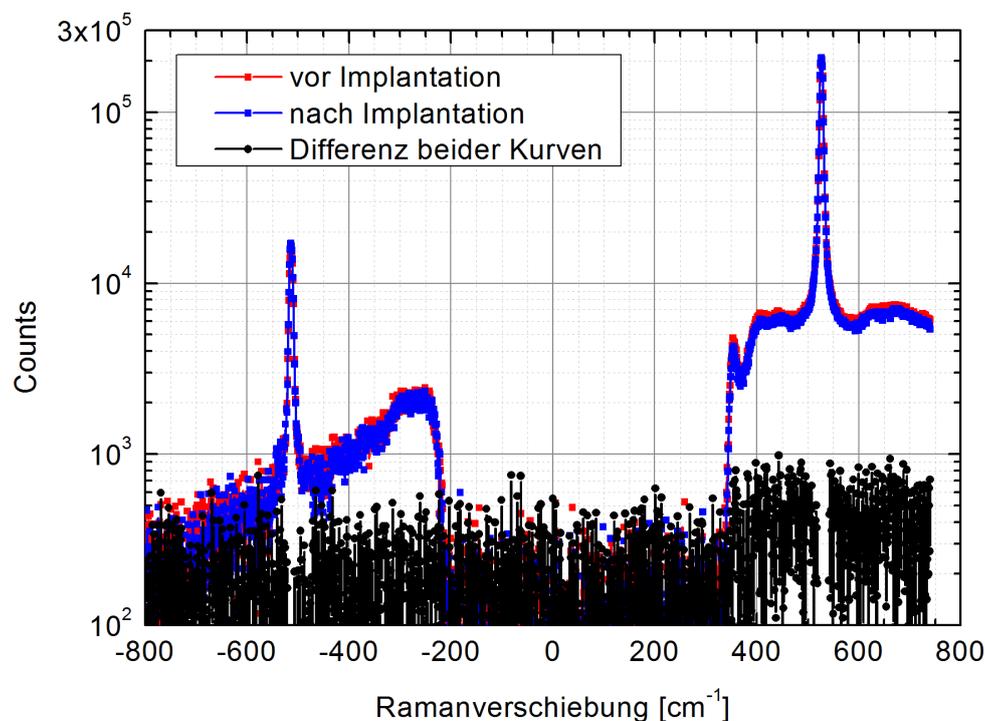


Abb. 5.21: Ramanspektrum der Interfaceschicht zwischen Siliziumcantilever und Tantalpentoxid vor (rot) und nach (blau) der Implantation. Sehr gut zu erkennen sind die Stokes (520 cm^{-1}) und Antistokeslinien (-520 cm^{-1}) von kristallinem Silizium. Die schwarzen Punkte repräsentieren die Differenz beider Kurven. Diese wird hauptsächlich vom unterschiedlichen Streulichtverhalten der verschiedenen behandelten Oberflächen bestimmt.

Abb. 5.21 fasst die Ergebnisse der Ramanuntersuchungen an den Proben sowohl vor als nach der Implantation zusammen. Deutlich zu erkennen sind die Stokes- (520 cm^{-1}) und Antistokeslinie (-520 cm^{-1}) von kristallinem Silizium. Abgesehen von den Ramanlinien, sind alle weiteren Strukturen der Messkurven Artefakte, die durch die Messanordnung erzeugt werden und nicht von der Probe herrühren. Für den Vergleich wurden beide Datensätze normiert. Die gebildete Differenz zeigt keine signifikanten Unterschiede, weshalb eine Veränderung der an das Tantalpentoxid angrenzenden Siliziumschicht nahezu aus-

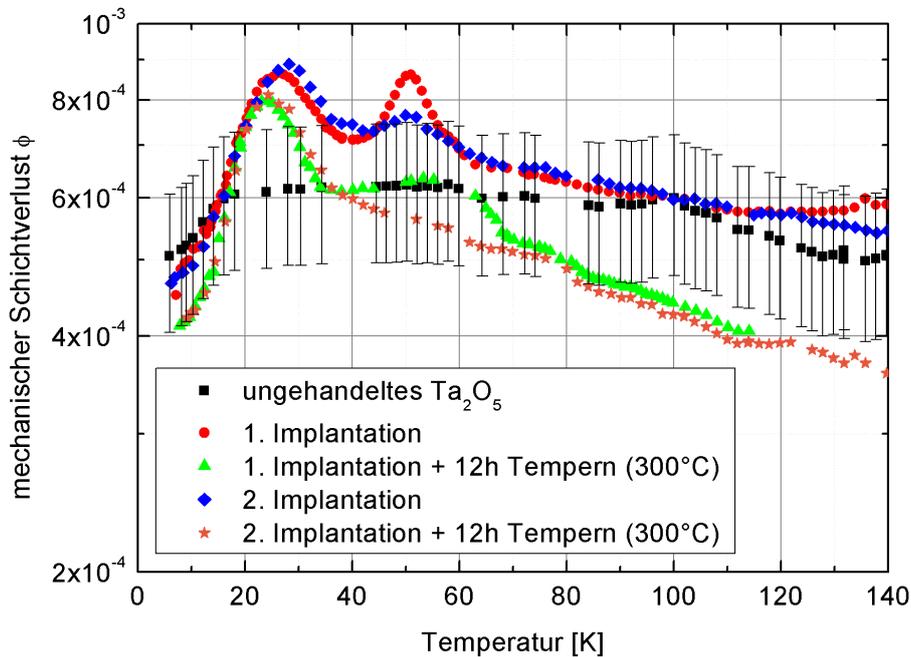


Abb. 5.22: Temperaturabhängiger Schichtverlust einer 500 nm dicken Tantalpentoxidschicht vor und nach der Ionenimplantation mit Silberionen sowie nach anschließender Wärmebehandlung. **schwarz** - unbehandeltes, elektronenstrahlverdampftes Ta_2O_5 auf einem Siliziumcantilever (Fehlerbalken exemplarisch für alle Kurven), **rot** - nach erster Ionenimplantation, **grün** - nach dreistündigem Tempern bei 300°C , **blau** - nach einer zweiten Ionenimplantation mit den gleichen Prozessparametern der ersten Implantation, **orange** - nach weiterem dreistündigem Tempern bei 300°C .

geschlossen werden kann. Hätten Strahlenschäden eine Störung des kristallinen Siliziums bewirkt, so wäre eine Verbreiterung und Verschiebung beider Ramanpeaks zu erkennen gewesen [159]. Da dies nicht der Fall ist, muss die Ursache für den Peak bei 50 K nicht im Silizium, sondern im Tantalpentoxid liegen.

Mit den Wärmebehandlungserkenntnissen des vorherigen Abschnitts (5.4.1 und [153]) wurde die Probe daher für zwölf Stunden bei 300°C getempert, was in der anschließenden Messung zu einer deutlichen Minimierung des vorher vorhandenen 50 K-Peaks führte. Anhand von Abb. 5.20 und 5.22 wäre außerdem zu bemerken, dass die gemessenen mechanischen Verluste zwischen 70 und 140 K auf einem um bis zu 25 % niedrigeren Niveau liegen, als der unbehandelte, mit Ta_2O_5 beschichtete Cantilever. Auch bei Temperaturen unter 10 K kam es zu einer Reduzierung der Verluste um 20 %. Eine mögliche Erklärung wäre, dass durch die Implantation Material abgetragen wurde und somit weniger Energie pro Schwingungszyklus dissipiert wird. Der weiter oben bereits erwähnten Simulation lässt sich aber entnehmen, dass nur ca. 5 nm Ta_2O_5 während des Beschusses abgetragen wurde. Die Unsicherheit der Berechnung lässt einen Fehler von etwa einem Faktor zwei zu, was einen maximalen Abtrag von etwa 10 nm bedeutet. Der Implantation nachfolgende Schichtdickenmessungen mit Hilfe des selbstgebauten Reflektometers ergaben ebenfalls ca.

10 nm Abnahme an Schichtdicke, die aber nicht mit Bestimmtheit auf eine tatsächliche Dickenänderung oder aber eine Änderung der optischen Parameter, wie die Brechzahl n , zurückgeführt werden konnte. Die „vermeintliche“ Schichtdickenänderung Δh von 2 % kann laut Gl. (2.12) die Änderung von fast 30 % nicht erklären. Um trotzdem ausschließen zu können, dass es sich um einen Abtragungseffekt des Ta_2O_5 handelt, wurde der Implantationsprozess mit den gleichen Parametern am selben Cantilever wiederholt. Wie aus Abb. 5.22 ersichtlich wird, reproduzierten sich die Ergebnisse der ersten Implantation. Auch das Niveau der Verluste zwischen 50 und 150 K stieg auf den zuvor erreichten Wert. Wie bei der ersten Wärmebehandlung bei 300 °C, verschwand auch beim zweiten Tempern der Peak bei 50 K. Zusätzlich fiel der mechanische Verlust zwischen 50 und 150 K erneut unter den des unbehandelten Ta_2O_5 . Auf Basis dieser Daten kann ein Abtrageeffekt des Ta_2O_5 ausgeschlossen werden.

Gl. (2.12) lässt neben der Änderung der Schichtdicke aber auch eine Änderung des Elastizitätsmoduls des Schichtmaterials Y_c zu. Basierend auf den Daten aus Abb. 5.19 lässt sich abschätzen, dass die maximale Konzentration von implantierten Fremdatomen im Ta_2O_5 ca. 0,1 Atom-% beträgt. Trotz dieses vergleichsweise hohen Anteils an Silber, lässt sich die beobachtete Änderung des mechanischen Verlustes auch hierdurch nicht erklären. Hierfür wären deutlich größere Konzentrationen notwendig [160, 161].

Gleiches gilt für die Änderung der Stöchiometrie des Ta_2O_5 nahe der Oberfläche. Aufgrund des unterschiedlichen Massenverhältnisses von Sauerstoff zu Tantal ($\approx 1:5$) wird fast fünf mal so viel Sauerstoff abgetragen, wie Tantal. Folglich stellt sich eine Anreicherung der oberflächennahen Bereiche mit Tantal ein. Die Ausdehnung liegt im Bereich weniger Nanometer und ist damit nicht groß genug.

Am wahrscheinlichsten blockieren die implantierten Ionen Zwischengitterplätze, die einen Platzwechsel des Sauerstoffs einschränken und somit weniger Energiedissipation erlauben. Dies wiederum senkt die beobachtbaren mechanischen Verluste.

Die gezielte Implantation dielektrischer Schichten²⁷ mit verschiedenen Ionen stellt gemäß den ersten hier vorgestellten Ergebnissen ein geeignetes Mittel für den Erkenntnisgewinn über den mechanischen Verlust dar. Im Vergleich zur Dotierung dielektrischer Schichten während des Sputterprozesses erlaubt die Implantation deutlich feinere Dosierungen, um möglicherweise geringere negative Auswirkungen auf bereits sehr gut optimierte optische Eigenschaften zu haben. Der kaum sichtbare Unterschied zwischen den Ergebnissen nach der ersten und zweiten Implantation legen außerdem nahe, dass bereits eine Sättigung eingetreten ist. Folglich könnte eine weit geringere Fluenz als $2 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ bereits den gleichen Effekt verursachen, ohne nennenswerte Veränderungen in den optischen Parametern hervorzurufen.

²⁷In diesem Fall an 500 nm Tantalpentoxid durchgeführt.

6 Abschätzung des thermischen Rauschens für ausgewählte Anwendungen

6.1 Spiegelmaterialien für interferometrische Gravitationswellendetektoren

Für die Abschätzung des thermischen Rauschens von Spiegel- und Strahlteilermaterialien werden in den folgenden beiden Abschnitten die jeweiligen Anteile des Brownschen und thermoelastischen Rauschens für Silizium, Saphir, Calciumfluorid und das aktuell verwendete Fused Silica berechnet. Im Anschluss erfolgt nach Auswahl des am besten für den Tieftemperatureinsatz geeigneten Materials die Berechnung des thermischen Spiegelrauschens in Kombination mit dem dielektrischen Schichtstapel.

6.1.1 Berechnung der Rauschbeiträge reiner Bulkmaterialien

Für die Berechnung des nach Gl. (1.4) zu erwartenden Brownschen Rauschens z.B. eines Spiegelsubstrates in ET-Geometrie¹ [36], wurden die in Tab. 6.1 aufgeführten mechanischen Verluste aus sämtlichen im Rahmen der Arbeit durchgeführten Messungen zusammengetragen. Einzig die Werte für Fused Silica entstammen nicht dieser Arbeit und wurden [50] entnommen.

Die Berechnung des thermoelastischen Rauschens erfolgte nach Gl. (1.5). Abb. 6.1 fasst das frequenzabhängige Brownsche (durchgezogene Linie) und thermoelastische Rauschen (Strichlinie) der drei kristallinen Materialien zusammen und zeigt den Vergleich zum aktuell im Einsatz befindlichen Fused Silica. Dargestellt ist das Verhalten für 10 (**schwarz**) und 300 K (**blau**). Abweichend von den anderen Materialien wurden für Silizium zusätzlich beide Rauscharten auch bei 122 K berechnet, da sich bei dieser Temperatur ein Nulldurchgang im thermischen Ausdehnungskoeffizienten α_{Si} zeigt, der zu einem signifikanten

¹Spiegeldurchmesser: 0,5 m, Länge: 0,46 m, Strahlradius r_0 auf der Spiegeloberfläche: 0,09 m

Tab. 6.1: Übersicht der den folgenden Rauschrechnungen zugrunde liegenden temperaturabhängigen Verlustwerte von Silizium, Saphir, Calciumfluorid und Fused Silica. Für alle vier Materialien sind Werte für 300 und 10 K angegeben. Zusätzlich wurde der Verlust von Silizium bei 122 K eingetragen, da hier der thermische Ausdehnungskoeffizient α_{Si} einen Nulldurchgang zeigt.

| Temperatur [K] | Silizium | Saphir | Calciumfluorid | Fused Silica |
|----------------|----------------------|----------------------|----------------------|----------------------|
| 10 K | $3,4 \times 10^{-9}$ | $2,4 \times 10^{-9}$ | $5,5 \times 10^{-9}$ | $1,1 \times 10^{-3}$ |
| 122 K | $7,1 \times 10^{-9}$ | - | - | - |
| 300 K | $6,7 \times 10^{-9}$ | $1,4 \times 10^{-7}$ | $3,0 \times 10^{-8}$ | $1,4 \times 10^{-7}$ |

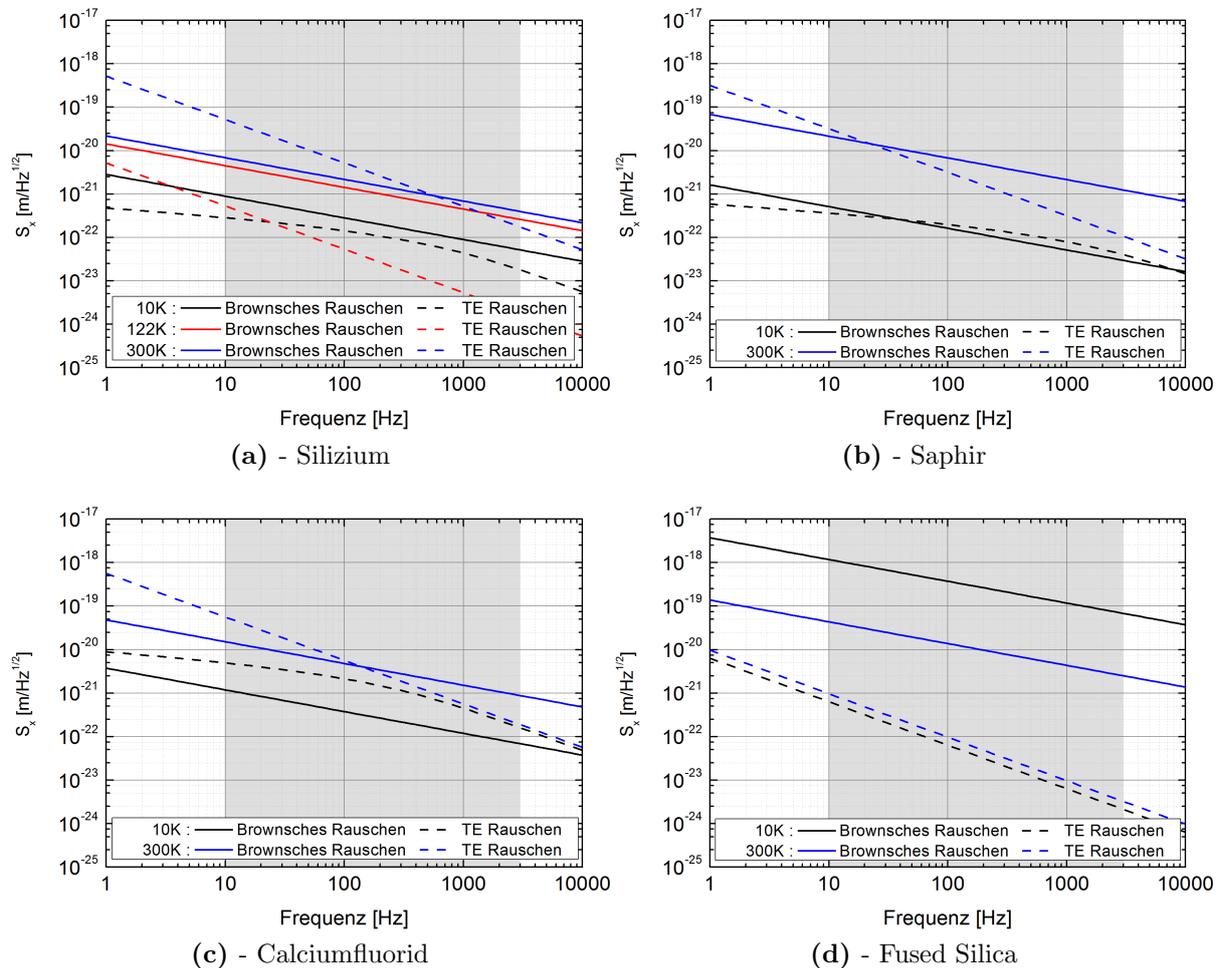


Abb. 6.1: Vergleich der Rauschbeiträge (Brownsch und thermoelastisch) einzelner Materialien bei 10 (schwarz) und 300 K (blau). (a) - Silizium, (b) - Saphir, (c) - Calciumfluorid, (d) - Fused Silica. Zusätzlich wurde für Silizium die Rauschabschätzung für 122 K eingezeichnet, da bei dieser Temperatur der thermische Ausdehnungskoeffizient einen Nulldurchgang zeigt und folglich das thermoelastische Rauschen verschwindet. Der grau eingefärbte Bereich markiert in etwa das Detektionsband aktueller interferometrischer Gravitationswellendetektoren.

Absinken des thermoelastischen Rauschens führt.

Der Vergleich der beiden vielversprechendsten Kandidaten zeigt, dass Silizium bei Raumtemperatur aufgrund seines hohen thermischen Ausdehnungskoeffizienten über den größten Frequenzbereichs des Detektionsbandes (grau hinterlegt) rein thermoelastisch limitiert ist. Umgekehrt limitiert Brownsches Rauschen den größten Teil des Detektionsbereichs bei Saphir. Das Abkühlen beider Materialien auf 10 K führt zu einer Rauschreduktion, wobei Saphir selbst bei tiefen Temperaturen höheres thermoelastisches, als Brownsches Rauschen zeigt. Die rot in Abb. 6.1 (a) dargestellten Linien zeigen außerdem, dass ein Kühlen² von Silizium auf 122 K zwar eine signifikante Änderung des thermoelastischen Rauschens bewirken kann, umgedreht aber nahezu keinen Effekt auf den Brownschen Anteil hat. Bei Calciumfluorid führt das Kühlen der Testmasse zwar zu einem Absinken des Brownschen Rauschens, das thermoelastische Level ändert sich besonders bei hohen Frequenzen kaum, so dass die Temperaturabsenkung keinen brauchbaren Effekt zeigt, der den gesamten kryogenen Aufwand rechtfertigt. Ein ganz anderes Verhalten offenbart Fused Silica. Wie zu Beginn der Arbeit bereits ausgeführt, nimmt der mechanische Verlust beim Kühlen der Probe um mehrere Größenordnungen zu. Dies wiederum äußert sich in einem massiven Anstieg des Brownschen Rauschens, was die Brauchbarkeit des Materials bei tiefen Temperaturen sofort zunichte macht.

Der abschließende Vergleich der Rauschbudgets aller vier Materialien in Abb. 6.2 offenbart, dass sich weder Fused Silica (**grün**) noch Calciumfluorid³ (**blau**) in zukünftigen kryogenen interferometrischen Gravitationswellendetektoren einsetzen lässt. Zu gering ist der Empfindlichkeitsgewinn bei Verwendung von Calciumfluorid in Relation zum technischen und finanziellen Aufwand. Anders stellt sich die Situation bei Silizium (**schwarz**) und Saphir (**rot**) dar. Abhängig von der zu beachtenden Frequenz, lassen sich beim reinen Substratmaterial bis zu zwei Größenordnungen an Rauschunterdrückung erreichen. Obwohl Saphir bei 10 K im direkten Vergleich des totalen Rauschens einen kleinen Vorteil⁴ gegenüber Silizium zu bieten scheint, fällt die erste Wahl auf einkristallines Silizium. Beide Materialien weisen einen sehr ähnlichen Verlauf des thermoelastischen Rauschens auf. Bei weiterer Minimierung der mechanischen Verluste würde der Brownsche vom thermoelastischen Rauschanteil als unteres Limit überdeckt. Da der mechanische Verlust keinen Einfluss auf das thermoelastische Rauschen hat, bringt eine weitere Minimierung der Verluste keinen entscheidenden Empfindlichkeitsgewinn. Der Vorteil von Silizium gegenüber

²Der Betrieb eines Gravitationswellendetektors bei 122 K hätte sich in Bezug auf die ingenieurstechnischen Herausforderungen und die Finanzierung überaus positiv ausgewirkt.

³Calciumfluorid würde zwar keine Verschlechterung des Rauschens des Spiegelmaterials bedeuten, würde aber in Bezug auf den technologischen Aufwand des Kühlens keine hinreichend große Verbesserung zur Folge haben.

⁴Abb. 6.1 (b) zeigt u.a., dass Saphir bei 10 K über einen weiten Frequenzbereich thermoelastisch begrenzt ist.

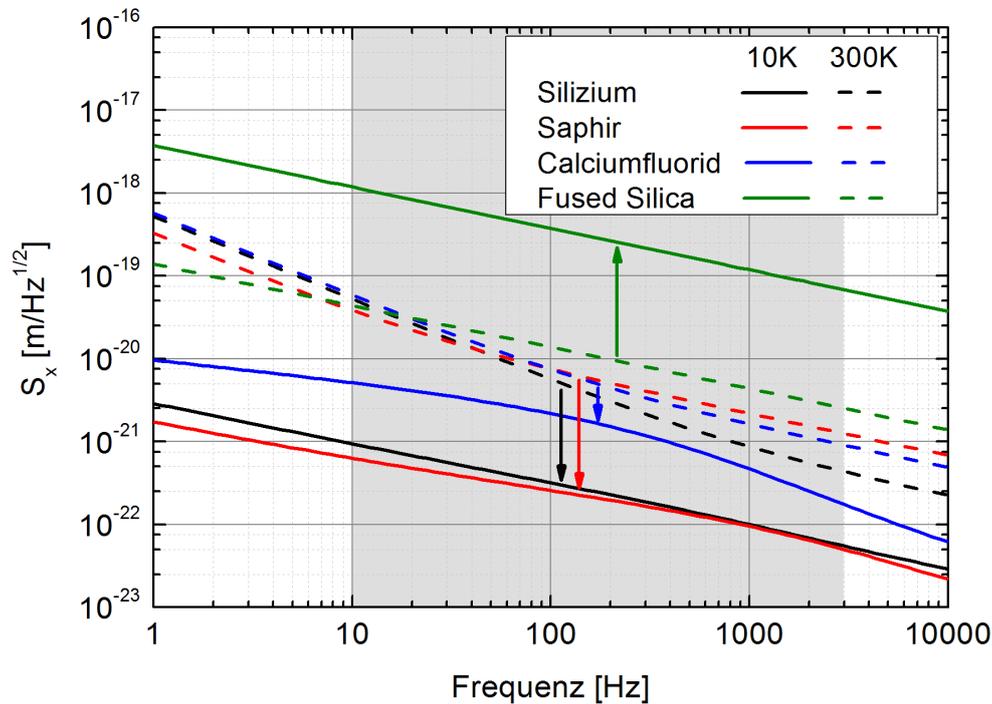


Abb. 6.2: Effekt der Temperaturabsenkung (die Richtung der Pfeile deutet den Abkühlvorgang an) auf die Summe aller Rauschenbeiträge bei 10 K (durchgezogene Linie) und 300 K (gestrichelte Linie) für Silizium, Saphir, Calciumfluorid und Fused Silica.

Saphir wird außerdem dadurch unterstützt, dass Silizium aufgrund seiner Verwendung in der Halbleiterindustrie in größeren Abmessungen und Reinheiten zu bekommen ist.

6.1.2 Berechnung des Rauschbudgets eines Spiegelsubstrats mit Beschichtung

Nachdem sich im vorangegangenen Abschnitt Silizium als das Material der Wahl herausgestellt hat, folgt nun eine Abschätzung des Effekts (siehe Gl. (1.4) und Gl. (1.7)) eines hochreflektierenden Schichtstapels aus 18 Doppelschichten Siliziumdioxid und Tantalpentoxid auf das Rauschen eines Spiegels. Wieder wurde die dem ET-Design [36, 162, 163] entnommene Geometrie als Grundlage für die Betrachtungen herangezogen. Während bei 300 K das thermoelastische Rauschen des Spiegelsubstrats besonders den niederfrequenten Bereich dominiert, begrenzt das Brownsche Rauschen des Schichtstapels ab etwa 200 Hz. Während das Brownsche und thermoelastische Rauschen des Substrats beim Abkühlen auf 10 K, wie zuvor bereits gezeigt, fällt, wartet das Brownsche Schichtstapelrauschen nur mit einer kleineren Änderung auf. Bei 10 K stellt sich also der Zustand ein, dass der gesamte Bereich zwischen 1 Hz und 10 kHz (siehe Abb. 6.3) durch das Rauschen der Beschichtung dominiert wird. Diese Erkenntnis hat unmittelbar zur Folge, dass die dielektrischen Schichtstapel der am stärksten limitierende Faktor einer Empfindlichkeitssteigerung durch

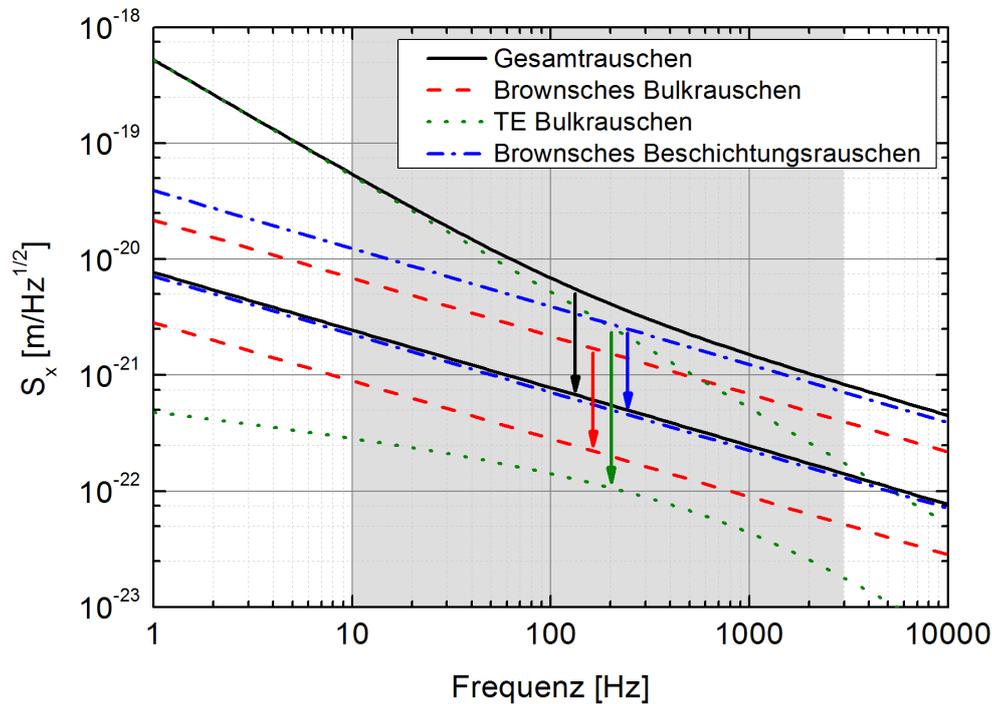


Abb. 6.3: Effekt des Kühlens von 300 auf 10 K (die Richtung der Pfeile deutet den Abkühlvorgang an) auf die Rauschbeiträge eines Siliziumspiegels mit hochreflektivem Schichtstapel aus 16 Doppelschichten Siliziumdioxid und Tantalpentoxid.

den Einsatz kryogener Temperaturen ist und der größten Beachtung bedarf.

6.2 Cantilever für mikroskopische Anwendungen

Da im Rahmen dieser Arbeit keine AFM-Cantilever in der entsprechenden Geometrie aus Silizium hergestellt und untersucht wurden, erfolgt die Abschätzung der Kraftauflösung auf Basis der in Abschnitt 4.3.1 und 5.2 ermittelten Werte für den Bulkmaterial- und Oberflächenverlust.

Für die Abschätzung der Auflösung wurden die wichtigsten Eckdaten für AFM-Spitzen vom Typ NCLR-50 der Firma NanosensorsTM [164] in Tab. 6.4 zusammengefasst. Wie in den vorherigen Kapiteln dargelegt, begrenzt die thermoelastische Dämpfung den minimal erreichbaren Verlust von Siliziumcantilevern bei Raumtemperatur. Geht man also davon aus, dass kein weiterer Dämpfungsmechanismus den mechanischen Verlust limitiert, so lässt sich das untere, thermoelastische Limit nach Zener [64] (siehe Gl. (3.6)) berechnen. Bei Raumtemperatur liegt dieser Wert bei ca. 10^{-5} . Um diesen Wert weiter zu minimieren, soll eine fiktives Abkühlen des Cantilevers vorgenommen werden. Um in nullter Ordnung abschätzen zu können, wie weit der mechanische Verlust ϕ fallen könnte, wenn er nur

Abb. 6.4: Übersicht der Eigenschaften von AFM-Cantileverspitzen vom Typ NCLR-50 der Firma NanosensorsTM.

| Eigenschaft | Wert |
|------------------|-------------------------------|
| Länge | $(225 \pm 10) \mu\text{m}$ |
| Breite | $(38,0 \pm 7,5) \mu\text{m}$ |
| Dicke | $(7,0 \pm 1,0) \mu\text{m}$ |
| Federkonstante | $21 - 98 \text{ Nm}^{-1}$ |
| Spitzenhöhe | $10 - 15 \mu\text{m}$ |
| Dotierung | n-Typ |
| spez. Widerstand | $0,01 - 0,02 \Omega\text{cm}$ |

Einsatztemperaturen um 295 K und $1 \times 10^{-16} \text{ N}/\sqrt{\text{Hz}}$ für 5 K. Das Abkühlen des AFM-Cantilevers führt also zu einer nahezu 30-fachen Verbesserung der Auflösung.

Führt man diese Abschätzung unter Berücksichtigung der in Abschnitt 5.2 aufgeführten Probe 1 durch, so folgen erstaunlicherweise nahezu die gleichen Ergebnisse für die Kraftauflösung F_{min} . Aufgrund dessen, dass Probe 1 ihres kleineren Oberflächen-Volumen-Verhältnisses wegen auch weniger stark durch die Oberflächenschicht bedämpft ist, erreicht der deutlich massivere Cantilever die gleiche Auflösung. Da die Resonanzfrequenzen kommerziell erhältlicher AFM-Cantilever über 100 kHz liegen und daher die Einkopplung mechanischer Störungen eine untergeordnete Rolle spielt, eignen sie diese im Vergleich zu den massiveren Cantilevern besser für Oberflächenuntersuchungen.

noch durch eine gestörte Oberflächenschicht begrenzt würde, finden Gl. (2.11) und Gl. (2.12) Anwendung. Demnach geht der Oberflächenverlust von ca. 5×10^{-7} mit einem Gewichtungsfaktor in die Rechnung ein, der nur⁵ vom Verhältnis der gestörten zur ungestörten Dicke bestimmt wird. Nimmt man weiterhin an, dass die AFM-Cantileverdicke von 7...8 μm eine gestörte Randschicht mit ca. 1 μm Dicke beinhaltet, so folgt für den Gewichtungsfaktor des Oberflächenverlustes ein Wert ≈ 2 .

Schätzt man die minimal auflösbare Kraft nach Gl. (1.10) ab, so folgen $2,6 \times 10^{-15} \text{ N}/\sqrt{\text{Hz}}$ für

6.3 Spacermaterialien für kryogene Resonatoren zur Laserstabilisierung

Die letzte Abschätzung des thermisch bedingten Rauschens umfasst die Verwendung verlustarmer Materialien als fixen Abstandhalter zwischen den Spiegeln eines Referenzresonators (siehe Abschnitt 1.1.3). Wie zuvor ausgeführt, finden bei Raumtemperatur Materialien wie Zerodur, ULE oder Fused Silica mit ihren niedrigen thermischen Ausdehnungskoeffizienten α Verwendung. Wie bei den vorangegangenen Anwendungen bereits gezeigt, eignen sich nur kristalline Materialien für den Einsatz bei tiefen Temperaturen. Abb. 6.5 zeigt den Vergleich der einzelnen Rauschbeiträge⁶, aufgeteilt auf das Abstandhalterma-

⁵Zur Vereinfachung wird wie in Abschnitt 5.2 angenommen, dass es keinen Unterschied zwischen den Elastizitätsmoduln des reinen Bulkmaterials und der Randschicht gibt.

⁶Hierfür wurde das Brownsche und thermoelastische Rauschen des Abstandhalter- bzw. Spiegelmaterials jeweils zusammengefasst und in einer Farbe dargestellt.

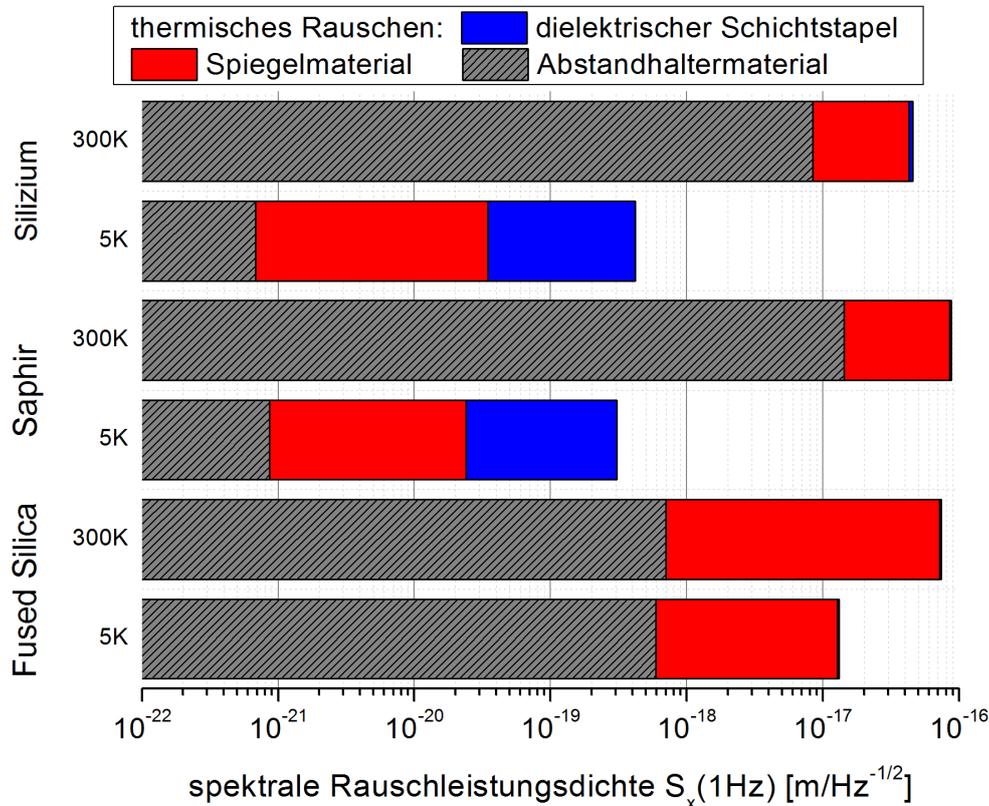


Abb. 6.5: Effekt des Kühlens eines Referenzresonators von 300 auf 5K auf die Rauschbeiträge der einzelnen Komponenten. Der angenommene Außendurchmesser des Abstandhalters beträgt 0,15 m, mit einer Innenbohrung von 0,01 m und einer Länge von 0,24 m. Die Werte für den mechanischen Verlust von Silizium und Saphir wurden im Rahmen dieser Arbeit ermittelt bzw. für Fused Silica aus [74] entnommen.

terial, das Spiegelmaterial und die hochreflektierenden Schichtstapel auf den Spiegeln. Für den Abstandhalter erfolgte die Berechnung des Brownschen Rauschens analytisch durch Gl. (1.11). Der zugehörige Anteil an thermoelastischem Rauschen erfolgte hingegen mit Hilfe Finiter-Elemente-Berechnungen (COMSOL [63]). Die Abschätzung der Einzelbeiträge der Spiegelsubstrate mit Beschichtung erfolgen nach dem gleichen, in Abschnitt 6.1.1 und 6.1.2 gezeigten Verfahren.

Analog zu den Spiegeln eines Gravitationswellendetektors bestimmt das Brownsche und thermoelastische Rauschen der Spiegelmaterialien den Hauptanteil der gesamten Rauschleistungsdichte S_x eines Referenzresonators bei 300 K. Dies ändert sich bei beiden kristallinen Materialien hin zu einem steigenden Einfluss der dielektrischen Schichtstapel bei tiefen Temperaturen, während die zuvor genannten Rauschbeiträge signifikant abfallen. Obwohl Saphir bezüglich seines gesamten thermischen Rauschens bei 300 K über den Werten von Silizium und Fused Silica liegt, erreicht es bei Minimaltemperatur das niedrigste Rauschlevel. Dieser Umstand und die hervorragende Transmission von Saphir in einem weiten Wellenlängenbereich (200 nm...6 μm [165]) machen es zum idealen Material für höchste Anforderungen in der Laserstabilisierung.

Zusammenfassung und Ausblick

Die vorliegende Arbeit beschäftigt sich mit der intensiven, systematischen Untersuchung des mechanischen Verlustes ausgewählter Materialien für Anwendungen der Präzisionslängenmesstechnik. Hierzu wurden verschiedene Messaufbauten für die kryogene Verlustmessung entwickelt, charakterisiert und optimiert. Es konnte im Rahmen dieser Arbeit gezeigt werden, dass die durchgeführten Untersuchungen durch das Material und nicht den experimentellen Aufbau begrenzt wurden. Für die Bulkuntersuchungen wurden Fragestellungen der dämpfungsarmen Lagerung (Aufhängung), des verlustfreien Auslesens sowie der störungsfreien Temperierung der Proben gelöst. Die geänderten Anforderungen bei der Untersuchung dünner Schichten sowie der Oberflächenverluste beeinflussen aufgrund veränderter Frequenzbereiche maßgeblich das Design des Messsystems für Cantilever. Das im Rahmen dieser Arbeit entwickelte neuartige und automatisierte Mehrkanalmesssystem ermöglichte daher die parallele Untersuchung unterschiedlich behandelte Proben. In Zusammenarbeit mit internationalen Kollegen konnte das Messverfahren sowie der Messaufbau etabliert werden und kommt mittlerweile in verschiedenen Arbeitsgruppen weltweit zum Einsatz. Die entwickelten Messplätze ermöglichten detaillierte Untersuchungen an Proben unterschiedlicher Geometrie von einigen Mikrometern bis mehreren Zentimetern. Der zugängliche Temperaturbereich von 5 bis 300 K sowie mögliche Frequenzbereich zwischen 20 Hz und 200 kHz bilden die Grundlage für die systematischen Untersuchungen dieser Arbeit.

Im Rahmen dieser Arbeit konnte gezeigt werden, dass kristalline Materialien niedrige mechanische Verluste bei tiefen Temperaturen besitzen. Dabei wurde Silizium als mögliches Material für hochpräzise Längenmesstechnik identifiziert. Weiterhin konnte gezeigt werden, dass im Kristallgitter eingelagerter Sauerstoff einen wesentlichen Verlustprozess darstellt. Dieser äußert sich in einem Verlustmaximum um 120 K für Frequenzen im Bereich einiger 10 kHz. Des weiteren konnte erstmals eine Korrelation des gemessenen Verlustes mit der Kristallorientierung gezeigt werden. Diese Anisotropie des Verlustes deutet auf eine mikroskopische Anisotropie des Defekts im Silizium. Als weiterer wesentlicher Dämpfungsmechanismus wurden Oberflächeneffekte identifiziert. Es konnte gezeigt werden, dass der mechanische Verlust in Silizium bei tiefen Temperaturen durch das Oberflächen-Volumen-Verhältnis der Probe bestimmt wird. Aufgrund dieser Beobachtungen

konnte erstmals der charakteristische Parameter für den Oberflächenverlust von Silizium bestimmt werden. Dieser ist um einen Faktor 20 kleiner als bei dem bisher verwendeten Material Fused Silica. Neben diesen hervorragenden Rauscheigenschaften hat Silizium den großen Vorteil, dass es in nahezu beliebigen Größen verfügbar ist, was vor allem durch die Anforderungen der Halbleiterindustrie unterstützt wird.

Ein weiteres interessantes Material für hochpräzise Längenmesstechnik ist Saphir. Die Ergebnisse dieser Arbeit zeigen, dass die erhaltenen Resultate durch interne Prozesse im Material verursacht werden und somit intrinsischen Ursprungs sind. Als interner Prozess wurde zur Beschreibung der Messkurven die Phonon-Phonon-Dämpfung vorgeschlagen. Calciumfluorid zeigte als optisches Hochleistungsmaterial einen neuartigen und bisher nicht beschriebenen Relaxationspeak bei tiefen Temperaturen.

Bei den Untersuchungen an Schichtmaterialien wurden für Oxidschichten auf Silizium erstmals zwei unterschiedliche Verlustregime systematisch untersucht. Bis zu einer Dicke von ca. 1 μm besteht ein direkter Zusammenhang zwischen Schichtdicke und Aktivierungsenergie des Verlustprozesses. Ab einer Dicke von 1 μm ist hingegen die Aktivierungsenergie konstant und unabhängig von der Oxiddicke. Durch Extrapolation der Dickenabhängigkeit auf eine Schichtdicke von Null wurde festgestellt, dass eine verbleibende Aktivierungsenergie direkt mit Zuständen an der Oberfläche korreliert werden kann.

Detaillierte und systematische Untersuchungen zur Wärmebehandlung von Tantalpentoxid ergaben einen neuartigen Einblick in die mikroskopischen Veränderungen im Material. In der Vergangenheit wurde beobachtet, dass bei Behandlungstemperaturen von 800 °C das Material vollständig kristallisiert. Bereits bei 600 °C wurde ein Verlustpeak um 30 K beobachtet. Die Untersuchungen im Rahmen dieser Arbeit haben gezeigt, dass die Ausbildung dieses Relaxationspeaks nicht nur von der verwendeten Temperatur sondern auch von der Behandlungsdauer abhängt. Bei hinreichend langer Behandlung stellte sich bereits bei 600 °C ein ähnlicher Verlustverlauf wie bei 800 °C ein. Dies deutet auf die Formierung und das Wachstum von Kristallisationskeimen hin.

In der Literatur wurde seit vielen Jahren diskutiert, dass der mechanische Verlust von Tantalpentoxid durch Co-Dotierung mit anderen Materialien (z.B. Titan) reduziert werden kann. Die Ursache für diese Reduktion des mechanischen Verlustes ist bisher nicht aufgeklärt. Die Herstellung der Ti:Ta₂O₅ Schichten stellt eine große technische Herausforderung dar und macht systematische Untersuchungen sehr langwierig. Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurden erstmals undotierte Tantalpentoxidschichten mit Hilfe der Ionenimplantation gezielt verändert. Durch die Implantation von Silber-Ionen in das Schichtmaterial wurde im mechanischen Verlustspektrum ein neuartiger Verlustpeak beobachtet. Dieser konnte durch eine Wärmebehandlung bei vergleichsweise niedrigen Temperaturen um 300 °C wieder unterdrückt werden. Gleichzeitig senkte sich der mechanische

Verlust bei tiefen Temperaturen ab. Eine Interpretation wäre die Blockierung möglicher mikroskopischer Platzwechselforgänge durch die implantierten Ionen.

Basierend auf den experimentellen Daten wurde das thermische Rauschen von Beispielanwendungen abgeschätzt. Dabei wurden Empfindlichkeitssteigerungen für verschiedene Anwendungen von mindestens einer Größenordnung beim Übergang auf Materialien mit niedrigem mechanischen Verlust und durch den Einsatz tiefer Temperaturen erreicht. Für die Stabilisierung von Lasern bedeutet dies, dass sich das aktuell erreichbare Frequenzrauschen der Emissionswellenlänge von knapp unter $1 \text{ Hz}/\sqrt{\text{Hz}}$ in den Bereich weniger $\text{mHz}/\sqrt{\text{Hz}}$ reduzieren würde. Dies wiederum erlaubt die spektroskopische Untersuchung noch feiner aufgelöster atomarer Anregungszustände. Die Ergebnisse der Untersuchungen an Siliziumbulk- sowie Beschichtungsmaterialien flossen unmittelbar in die Design Studie eines Gravitationswellendetektors der 3. Generation - dem Einstein Telescope - durch die Teilnahme des Autors am Science Team ein. Eine Reduktion des thermischen Rauschens durch den Einsatz von Silizium-Testmassen bei tiefen Temperaturen erlaubt eine Steigerung der Längenmessempfindlichkeit um den Faktor 10 im Vergleich zu Detektoren der 2. Generation. Dies entspricht bei angenommener homogener Verteilung der Quellen für Gravitationswellen einem 1000-fach größeren Beobachtungsvolumen und damit einer um den gleichen Faktor erhöhten Beobachtungswahrscheinlichkeit. Die damit erreichbare Empfindlichkeit eröffnet die Möglichkeit, nicht nur eine erste direkte Detektion dieser kosmischen Wellen durchzuführen, sondern diese unmittelbar in einer neuen Form der Astronomie - der Gravitationswellenastronomie - anzuwenden.

Literaturverzeichnis

- [1] A Einstein. Allgemeine Relativitätstheorie. *Annalen der Physik*, 7:769 – 822, 1916.
- [2] K Numata, A Kemery, and J Camp. Thermal-Noise Limit in the Frequency Stabilization of Lasers with Rigid Cavities. *Phys. Rev. Lett.*, 93:250602, Dezember 2004.
- [3] K Y Yasumura, T D Stowe, E M Chow, T Pfafman, T W Kenny, B C Stipe, and D Rugar. Quality Factors in Micron- and Submicron-Thick Cantilevers. *Journal of Microelectromechanical Systems*, 9(1):117–125, 2000.
- [4] R Nawrodt. *Kryogene Gütemessung an optischen Substratmaterialien für zukünftige Gravitationswellendetektoren*. PhD thesis, Friedrich-Schiller-Universität Jena, 2007.
- [5] P R Saulson. *Fundamentals of Interferometric Gravitational Wave Detectors*. World Scientific, 1995.
- [6] B Schutz. *Gravity from the ground up*. Cambridge: University of Cambridge Press, 2003.
- [7] J Weber. Gravitational-wave detector events. *Physical Review Letters*, 20:1307 – 1308, 1968.
- [8] J-P Zendri, L Baggio, M Bignotto, M Bonaldi, M Cerdonio, L Conti, M De Rosa, P Falferi, P L Fortini, M Inguscio, A Marin, F Marin, R Mezzena, A Ortolan, G A Prodi, E Rocco, F Salemi, G Soranzo, L Taffarello, G Vedovato, A Vinante, and S Vitale. Status report and near future prospects for the gravitational wave detector AURIGA. *Class. Quant. Grav.*, 19:1925–1933, 2002.
- [9] P Astone et al. EXPLORER and NAUTILUS gravitational wave detectors: a status report. *Class. Quant. Grav.*, 25:114048, 2008.
- [10] M P McHugh, W W Johnson, W O Hamilton, J Hanson, I S Heng, D McNeese, P Miller, D Nettles, J Weaver, and P Zhang. Calibration of the ALLEGRO resonant detector. *Class. Quant. Grav.*, 22:965–973, 2005.
- [11] A de Waard, M Bassan, Y Benzaim, V Fafone, J Flokstra, G Frossati, L Gottardi, C T Herbschleb, A Karbalai-Sadegh, K Kuit, H van der Mark, Y Minenkov, J B R Oonk, G V Pallottino, J Pleikies, A Rocchi, O Usenko, and M Visco. Preparing for science run 1 of MiniGRAIL. *Class. Quant. Grav.*, 23:79–84, 2006.
- [12] K Kawabe for the LIGO Scientific Collaboration. Status of LIGO. *Journal of Physics: Conference Series*, 120:032003, 2008.

-
- [13] T Accadia et al. Status of the Virgo project. *Class. Quant. Grav.*, 28:114002, 2011.
- [14] H Grote (for the LIGO Scientific Collaboration). The GEO 600 status. *Class. Quant. Grav.*, 27:084003, 2010.
- [15] S Miyoki, T Uchiyama, K Yamamoto, M Ohashi, K Kuroda, T Akutsu, S Kamagasaki, N Nakagawa, M Tokunari, K Kasahara, S Telada, T Tomaru, T Suzuki, N Sato, T Shintomi, T Haruyama, A Yamamoto, D Tatsumi, M Ando, A Araya, A Takamori, S Takemoto, H Momose, H Hayakawa, W Morii, and J Akamatsu. The CLIO project. *Class. Quant. Grav.*, 23:231–237, 2006.
- [16] G M Harry (for the LIGO Scientific Collaboration). Advanced LIGO: the next generation of gravitational wave detectors. *Class. Quant. Grav.*, 27:084006, 2010.
- [17] Y Levin. Internal thermal noise in the LIGO test masses: A direct approach. *Phys. Rev. D*, 57:659 – 663, 1998.
- [18] F Bondu, P Hello, and J.-Y. Vinet. Thermal noise in mirrors of interferometric gravitational wave antennas. *Phys. Lett. A*, 246:227 – 236, 1998.
- [19] M Cerdonio, L Conti, A Heidmann, and M Pinard. Thermoelastic effects at low temperatures and quantum limits in displacement measurements. *Phys. Rev. D*, 63:082003, März 2001.
- [20] G M Harry, A M Gretarsson, P R Saulson, S E Kittelberger, S D Penn, W J Startin, S Rowan, M M Fejer, D R M Crooks, G Cagnoli, J Hough, and N Nakagawa. Thermal noise in interferometric gravitational wave detectors due to dielectric optical coatings. *Class. Quant. Grav.*, 19:897–917, 2002.
- [21] B Schröter, Private Kommunikation, 2012.
- [22] M Tortonese. Cantilevers and Tips for Atomic Force Microscopy. *IEEE Engineering in Medicine and Biology*, 0739-5175/97:28–33, März/ April 1997.
- [23] T R Albrecht, P Grütter, D Horne, and D Rugar. Frequency modulation detection using high-Q cantilevers for enhanced force microscope sensitivity. *J. Appl. Phys.*, 69(2):668–673, 1991.
- [24] J Yang, T Ono, and M Esashi. Energy Dissipation in Submicrometer Thick Single-Crystal Silicon Cantilevers. *Journal of Microelectromechanical Systems*, 11(6):775–783, 2002.
- [25] J Yang, T Ono, and M Esashi. Mechanical behavior of ultrathin microcantilever. *Sensors and Actuators*, 82:102–107, 2000.
- [26] B C Young, F C Cruz, W M Itano, and J C Bergquist. Visible Lasers with Subhertz Linewidths. *Phys. Rev. Lett.*, 82(19):3799–3802, Mai 1999.
- [27] M M Boyd, T Zelevinsky, A D Ludlow, S M Foreman, S Blatt, T Ido, and J Ye. Optical Atomic Coherence at the 1-Second Time Scale. *Science*, 314:1430–1433, 2006.

- [28] A D Ludlow, M M Boyd, T Zelevinsky, S M Foreman, S Blatt, M Notcutt, T Ido, and J Ye. Systematic Study of the ^{87}Sr Clock Transition in an Optical Lattice. *Phys. Rev. Lett.*, 96:033003, 2006.
- [29] R W P Drever, J L Hall, F V Kowalski, J Hough, G M Ford, A J Munley, and H Ward. Laser Phase and Frequency Stabilization Using an Optical Resonator. *Appl. Phys. B*, 31:97–105, 1983.
- [30] <http://www.schott.com>, Januar 2012.
- [31] H C Callen and T A Welton. Irreversibility and Generalized Noise. *Phys. Rev. Lett.*, 83:34 – 40, 1951.
- [32] H C Callen and R F Greene. On a Theorem of Irreversible Thermodynamics. *Phys. Rev. Lett.*, 86:702 – 710, 1952.
- [33] A Zimmer. *Mechanical losses in low loss materials studied by Cryogenic Resonant Acoustic spectroscopy of bulk materials (CRA spectroscopy)*. PhD thesis, Friedrich-Schiller-Universität Jena, 2007.
- [34] M F Bocko, M W Cromar, D H Douglas, R Q Gram, W W Johnson, M Karim, C C Lam, D Macaluso, J R Marsden, B Muhlfelder, L Narici, and M Zucker. The Rochester gravitational wave detector. *J. Phys. E: Sci. Instrum.*, 17:694–703, 1984.
- [35] R Schnabel, M Britzger, F Brückner, O Burmeister, K Danzmann, J Dück, T Eberle, D Friedrich, H Lück, M Mehmet, R Nawrodt, S Steinlechner, and B Willke. Building blocks for future detectors: Silicon test masses and 1550nm laser light. In *8th Edoardo Amaldi Conference on Gravitational Waves*, Journal of Physics: Conference Series 228, 2010, 012029.
- [36] The ET science team. Einstein gravitational wave Telescope conceptual design study, <https://tds.ego-gw.it/itf/tds/file.php?callFile=ET-0106C-10.pdf>, Oktober 2011.
- [37] R Nawrodt, S Rowan, J Hough, M Punturo, F Ricci, and J-Y Vinet. Challenges in thermal noise for 3rd generation of gravitational wave detectors. *General Relativity and Gravitation*, 43(2):593–622, 2011.
- [38] A S Nowick and B S Berry. *Anelastic Relaxation in Crystalline Solids*. New York: Academic Press, 1972.
- [39] S Hunklinger. *Festkörperphysik*. Oldenbourg Wissenschaftsverlag GmbH, München, Wien, 2007.
- [40] A Heptonstall, G Cagnoli, J Hough, and S Rowan. Characterisation of mechanical loss in synthetic silica ribbons. *Phys. Lett. A*, 354:353–359, February 2006.
- [41] R Nawrodt, A Zimmer, T Köttig, **C Schwarz**, D Heinert, M Hudl, R Neubert, M Thürk, S Nietzsche, W Vodel, A Tünnermann, and P Seidel. High mechanical Q-factor measurements on silicon bulk samples. *J. of Phys.: Conf. Series*, 122:012008, 2008.

- [42] V B Braginsky, V P Mitrofanov, and V I Panov. *Systems with Small Dissipation*. The University of Chicago Press, Chicago and London, 1985.
- [43] E Cesarini, M Lorenzini, G Cagnoli, F Martelli, F Piergiovanni, and F Vetrano. Silica as a key material for advanced gravitational wave detectors. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 357:2005–2009, 2011.
- [44] W Nolting. *Grundkurs Theoretische Physik 1*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2001.
- [45] W Demtröder. *Experimentalphysik 1 - Mechanik und Wärme*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg New York, 2002.
- [46] W P Mason. *Physical Acoustics Principles and Methods*, volume 25. Academic Press, San Diego, London, Boston, New York, Sydney, Tokyo, Toronto, 1999.
- [47] B Lüthi. *Physical Acoustics in the Solid State*. Springer, Juli 2004.
- [48] A Candez and A Abramovici. Measuring high mechanical quality factors of bodies made of bare insulating materials. *J. Phys. E: Sci Instrum.*, 21:453–456, 1988.
- [49] D F McGuigan, C C Lam, R Q Gram, A W Hoffman, D H Douglas, and W H Gutche. Measurements of the mechanical Q of single-crystal silicon at low temperatures. *Journal of Low Temperature Physics*, 30:621 – 629, 1978.
- [50] C Schwarz. Kryogene Gütemessung an optischen Substraten für Gravitationswellendetektoren - diploma thesis, 2007.
- [51] <http://www.sios.de>, Juli 2011.
- [52] B Ilic, S Krylov, and H G Craighead. Young’s modulus and density measurements of thin atomic layer deposited films using resonant nanomechanics. *Journal of Applied Physics*, 108:044317, 2010.
- [53] R Nawrodt, **C Schwarz**, S Kroker, I W Martin, F Brückner, L Cunningham, V Große, A Gryb, D Heinert, J Hough, T Käsebier, E B Kley, R Neubert, S Reid, S Rowan, P Seidel, M Thürk, and A Tünnermann. Investigation of mechanical losses of thin silicon flexures at low temperatures. 2011.
- [54] H E Bömmel and K Dransfeld. Excitation of Very-High-Frequency Sound in Quartz. *Phys. Rev. Lett.*, 1(7):234–236, 1958.
- [55] H J McSkimin. Measurement of Elastic Constants at Low Temperatures by Means of Ultrasonic Waves- data for silicon and germanium single crystals, and for fused silica. *Journal of Applied Physics*, 24(8):988 –997, 1953.
- [56] B E Read and G D Dean. *The Determination of Dynamic Properties of Polymers and Composites*. Adam Hilger Ltd, 1978.
- [57] B S Berry and W C Pritchett. Extended capabilities of a vibrating-reed internal friction apparatus. *Rev. Sci. Inst.*, 54(2):254–256, February 1983.

- [58] <http://www.ansys.com>, Juli 2011.
- [59] L D Landau and E M Lifschitz. *Lehrbuch der theoretischen Physik - Bd.1 Mechanik*. Deutsch (Harri), 1997.
- [60] J E Bishop and V K Kinra. Elastothermodynamic Damping in Laminated Composites. *Int. J. Solids Structures*, 34(9):1075–1092, 1997.
- [61] D Heinert, A Grib, K Haughian, J Hough, S Kroker, P Murray, R Nawrodt, S Rowan, **C Schwarz**, P Seidel, and A Tünnermann. Potential mechanical loss mechanisms in bulk materials for future gravitational wave detectors. *Journal of Physics: Conference Series*, 228(1):012032, 2010.
- [62] D Heinert. *Thermisches Rauschen in interferometrischen Gravitationswellendetektoren*. PhD thesis, Friedrich-Schiller-Universität 2011, 2011.
- [63] <http://www.comsol.de>, Juli 2011.
- [64] C Zener. Internal friction in solids. *Proc. Phys. Soc.*, 52:152–166, 1940.
- [65] H E Bömmel and K Dransfeld. Excitation and Attenuation of Hypersonic Waves in Quartz. *Phys. Rev. Lett.*, 117(5):1245–1252, 1960.
- [66] H Okamoto, K Ito, D and Onomitsu, T Sogawa, and H Yamaguchi. Controlling Quality Factor in Micromechanical Resonators by Carrier Excitation. *Appl. Phys. Express*, 2:035001, 2009.
- [67] S Arrhenius. Über die Reaktionsgeschwindigkeit bei der Inversion von Rohrzucker durch Säuren. *Zeitschrift für physikalische Chemie*, 4:226–248, July 1889.
- [68] A M Gretarsson and G M Harry. Dissipation of mechanical energy in fused silica fibres. *Rev. Sci. Inst.*, 70(10):4081–4087, October 1999.
- [69] A M Gretarsson, G M Harry, S D Penn, P R Saulson, W J Startin, S Rowan, C Cagnoli, and J Hough. Pendulum mode thermal noise in advanced interferometers: a comparison of fused silica fibers and ribbons in the presence of surface loss. *Phys. Lett. A*, 270:108–114, May 200.
- [70] A Takamori, M Ando, A Bertolini, G Cella, R DeSalvo, M Fukushima, Y Iida, F Jacquier, S Kawamura, S Marka, Y Nishi, K Numata, V Sannibale, K Somiya, R Takahashi, H Tariq, K Tsubono, J Ugas, N Viboud, H Yamamoto, T Yoda, and C Wang. Mirror suspension system for the TAMA SAS. *Class. Quant. Grav.*, 19:1615–1621, 2002.
- [71] G Cagnoli, J Hough, D DeBra, M M Fejer, E Gustafson, S Rowan, and V Mitrofanov. Damping dilution factor for a pendulum in an interferometric gravitational waves detector. *Phys. Lett. A*, 272:39–45, 2000.

- [72] A Cumming, R Jones, M Barton, G Cagnoli, C A Cantley, D R M Crooks, G D Hammond, A Heptonstall, J Hough, S Rowan, and K A Strain. Apparatus for dimensional characterization of fused silica fibers for the suspensions of advanced gravitational wave detectors. *Rev. Sci. Instrum.*, 82:044502, 2011.
- [73] A V Cumming, A S Bell, L Barsotti, M A Barton, G Cagnoli, D Cook, L Cunningham, M Evans, G D Hammond, G M Harry, A Heptonstall, J Hough, R Jones, R Kumar, R Mittleman, N A Robertson, S Rowan, B Shapiro, K A Strain, K Tokmakov, C Torrie, and A A van Veggel. Design and development of the advanced LIGO monolithic fused silica suspension. *Class. Quantum Grav.*, 29:035003, 2012.
- [74] **C Schwarz**, R Nawrodt, A Zimmer, S Nietzsche, W Vodel, A Tünnermann, and P Seidel. Mechanical Loss Measurements on Calcium Fluoride Bulk Material at Low Temperatures. In *Annual spring meeting of the Deutsche Physikalische Gesellschaft (DPG), Regensburg, 2007*.
- [75] J W S Rayleigh. *The theory of sound*. Dover Publ Inc., New York, 2003.
- [76] C Gerthsen and H Vogel. *Gerthsen Physik, 20. Auflage*. Springer Verlag, Berlin, Heidelberg, New York, 1999.
- [77] M Cerdonio, M Bonaldi, D Carlesso, E Cavallini, S Caruso, A Colombo, P Falferi, G Fontana, P L Fortinix, R Mezzena, A Ortolan, G A Prodi, L Taffarello, G Vedovato, E Vitale, and J P Zendri. The ultracryogenic gravitational-wave detector AURIGA. *Class. Quant. Grav.*, 14:1491–1494, 1997.
- [78] <http://www.hellma-optics.com>, Juli 2011.
- [79] <http://www.hellma-materials.com>, Juli 2011.
- [80] <http://www.silchem.de>, Juli 2011.
- [81] **C Schwarz**, D Heinert, K Haughian, G Hofmann, J Komma, I W Martin, P Murray, S Rowan, P Seidel, and R Nawrodt. Mechanical Spectroscopy of Silicon as a Low Loss Material for High Precision Mechanical and Optical Experiments. *Solid State Phenomena*, 184:443–448, 2012.
- [82] <http://www.dupontelastomers.com>, Juli 2011.
- [83] <http://www.goodfellow.com>, Juli 2011.
- [84] C R Locke, M E Tobar, and E N Ivanov. Properties of a monolithic sapphire parametric transducer: prospects of measuring the standard quantum limit. *Class. Quant. Grav.*, 19:1877–1888, 2002.
- [85] H Collins. *Gravity's Shadow: The Search for Gravitational Waves*. University of Chicago Press, Chicago and London, 2004.
- [86] J Hough, Private Kommunikation, 2009.

- [87] G Hofmann. Charakterisierung von Bulk-Materialien bei tiefen Temperaturen. Master's thesis, Friedrich-Schiller-Universität Jena, 2011.
- [88] J P Zendri, M Bignotto, M Bonaldi, M Cerdonio, L Conti, L Ferrario, N Liguori, A Maraner, E Serra, and L Taffarello. Loss budget of a setup for measuring mechanical dissipations of silicon wafers between 300 and 4 K. *Rev. Sci. Instrum.*, 79(033901), 2008.
- [89] E Cesarini, M Prato, M Lorenzini, G Cagnoli, E Campagna, M Canepa, A Chincari, G Gemme, G Losurdo, F Martelli, F Piergiovanni, and F Vetrano. Mechanical characterization of 'uncoated' and 'Ta₂O₅-single-layer-coated' SiO₂ substrates: results from GeNS suspension, and the CoaCh project. *Class. Quantum Grav.*, 27(084031), 2010.
- [90] P Willems, V Sannibale, J Weel, and V Mitrofanov. Investigations of the dynamics and mechanical dissipation of a fused silica suspension. *Phys. Lett. A*, 297:37–48, 2002.
- [91] <http://www.advent-rm.com>, Juli 2011.
- [92] **C Schwarz**, R Nawrodt, D Heinert, M Thürk, R Neubert, W Vodel, A Tünnermann, and P Seidel. Cryogenic setup for Q-factor measurements on bulk materials for future gravitational wave detectors. In *ICEC 22 - ICMC 2008*, pages 519–524. The Korea Institute of Applied Superconductivity and Cryogenics, July 2008.
- [93] <http://www.cryovac.de>, Juli 2011.
- [94] <http://www.lakeshore.com>, Juli 2011.
- [95] L P Khiznichenko, P F Kromer, D K Kaipnazarov, E Otenyazov, D Yusupova, and L G Zotova. The Properties of the Low-Temperature Internal Friction Peak in Silicon. *Phys. Stat. Sol.*, 21:805–810, 1967.
- [96] P F Kromer and L P Khiznichenko. On the Low-Temperature Internal Friction in Silicon. *Phys. Stat. Sol.*, 21:811–818, 1967.
- [97] H-J Möller and J Buchholz. Low-Temperature Internal Friction of Deformed Germanium and Silicon. *Phys. Stat. Sol. (a)*, 20:545–554, 1973.
- [98] S D Penn, A Ageev, D Busby, G M Harry, A M Gretarsson, K Numata, and P Willems. Frequency and surface dependence of the mechanical loss in fused silica. *Phys. Lett. A*, 352:3–6, 2006.
- [99] R C Newman. Defects in Silicon. *Rep. Prog. Phys.*, 45:1163–1210, 1982.
- [100] C C Lam and D H Douglas. Observation of Oxygen Impurities in Single-Crystal Silicon by Means of Internal Friction. *Journal of Low Temperature Physics*, 44:259–264, 1981.
- [101] P D Southgate. Internal friction in germanium and silicon ii: Oxygen movement and dislocation damping. *Proc. Phys. Soc.*, 76:398–408, 1960.

- [102] C Haas. The Diffusion of Oxygen in Silicon and Germanium. *J. Phys. Chem. Solids*, 15:108–111, 1960.
- [103] J W Corbett, G D Watkins, R M Chrenko, and R S McDonald. Defects in Irradiated Silicon. II. Infrared Absorption of the Si-A Center. *Phys. Rev. Lett.*, 121(4):1015–1022, February 1961.
- [104] G G De Leo, W B Fowler, and G D Watkins. Theory of off-center impurities in silicon: Substitutional nitrogen and oxygen. *Phys. Rev. B*, 29(6):3193–3207, March 1984.
- [105] H J Hrostowski and B J Alder. Evidence for Internal Rotation in the Fine Structure of the Infrared Absorption of Oxygen in Silicon. *J. Chem. Phys.*, 83:980–990, 1960.
- [106] J W Corbett, R S McDonald, and G D Watkins. The Configuration and Diffusion of Isolated Oxygen in Silicon and Germanium. *J. Phys. Chem. Solids*, 25:873–879, 1964.
- [107] T Uchiyama, T Tomaru, M E Tobar, D Tatsumi, S Miyoki, M Ohashi, Kuroda, T Suzuki, N Sato, T Haruyama, A Yamamoto, and T Shintomi. Mechanical quality factor of a cryogenic sapphire test mass for gravitational wave detectors. *Phys. Lett. A*, 261:5–11, 1999.
- [108] D Blair, F Cleva, and C N Man. Optical absorption measurements in monocrystalline sapphire at 1 μm . *Opt. Mat.*, 8:233–236, 1997.
- [109] J B Jr. Wachtman and D G Jr. Lam. Young’s Modulus of Various Refractory Materials as a Function of Temperature. *Journal of The American Ceramic Society*, 42(5):254–260, 1959.
- [110] I Ernsting. *Entwicklung und Anwendung eines Frequenzkamm-basierten Lasersystems für die Präzisions-Spektroskopie an ultrakalten Molekülen und Atomen*. PhD thesis, Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät der Heinrich-Heine-Universität Düsseldorf, 2009.
- [111] T Tomaru, T Suzuki, T Uchiyama, A Yamamoto, T Shintomi, C T Taylor, K Yamamoto, S Miyoki, M Ohashi, and K Kuroda. Maximum heat transfer along a sapphire suspension fiber for a cryogenic interferometric gravitational wave detector. *Phys. Lett. A*, 301:215–219, August 2002.
- [112] T Tomaru, T Uchiyama, D Tatsumi, S Miyoki, M Ohashi, K Kuroda, T Suzuki, A Yamamoto, and T Shintomi. Cryogenic measurement of the optical absorption coefficient in sapphire crystals at 1.064 μm for the large-scale cryogenic gravitational wave telescope. *Phys. Lett. A*, 283:81–84, May 2001.
- [113] M Ando and the TAMA Collaboration. Current status of the TAMA300 gravitational-wave detector. *Class. Quant. Grav.*, 22:881–889, 2005.
- [114] A Akhieser. On the absorption of sound in solids. *Journal of Physics*, 1(4):277 – 287, 1939.

- [115] C R Locke, M E Tobar, and E N Ivanov. Monolithic sapphire parametric transducer operation at cryogenic temperatures. *Rev. Sci. Instrum.*, 71(7):2737–2741, April 2000.
- [116] A J Harrington, B L Bobbs, M Braunstein, R K Kim, R Stearns, and R Braunstein. Ultraviolet-visible absorption in highly transparent solids by laser calorimetry and wavelength modulation spectroscopy. *Appl. Opt.*, 17(10):1541–1546, May 1978.
- [117] Z Yan, L Ju, S Gras, C Zhao, and D G Blair. High mechanical quality factor of calcium fluoride (CaF_2) at room temperature. *Eur. Phys. J. Appl. Phys.*, 30:189 – 192, 2005.
- [118] R Nawrodt, A Zimmer, T Koettig, S Nietzsche, W Vodel, and P Seidel. High mechanical Q-factor measurements on calcium fluoride at cryogenic temperatures. *Eur. J. Appl. Phys.*, 38:53 – 59, 2007.
- [119] M Bauer, M Bischoff, S Jukresch, T Hülsenbusch, A Matern, A Görtler, R W Stark, A Chuvilin, and U Kaiser. Exterior surface damage of calcium fluoride outcoupling mirrors for duv lasers. *Opt. Express*, 17(10):8253–8263, May 2009.
- [120] J Hofer, A Schliesser, and T J Kippenberg. Cavity optomechanics with ultrahigh-Q crystalline microresonators. *Phys. Rev. A*, 82(3):031804, Sep 2010.
- [121] P Amico, L Bosi, L Carbone, L Gammaitoni, F Marchesoni, M Punturo, F Travasso, and H Vocca. Mechanical quality factor of large mirror substrates for gravitational waves detectors. *Rev. Sci. Instrum.*, 73(1):179–184, 2002.
- [122] K Yamamoto, S Miyoki, T Uchiyama, H Ishitsuka, M Ohashi, K Kuroda, T Tomaru, N Sato, T Suzuki, T Haruyama, A Yamamoto, T Shintomi, K Numata, K Waseda, K Ito, and K Watanabe. Mechanical loss of the reflective coating and fluorite at low temperature. *Class. Quantum Grav.*, 21:S1075 – S1081, 2004.
- [123] **C Schwarz**, D Heinert, P Seidel, A Tünnermann, G D Hammond, and R Nawrodt. Mechanical loss of calcium fluoride at cryogenic temperatures. *Phys. Status Solidi A*, 208:2719–2723, 2011.
- [124] J Fontanella and C Andeen. The dielectric spectrum of erbium doped CaF_2 . *Journal of Physics C: Solid State Physics*, 9(6):1055, 1976.
- [125] J Fontanella, C Andeen, and D Schuele. Dielectric relaxation in yttrium- and lanthanum-doped calcium fluoride. *Phys. Rev. B*, 17(8):3429–3431, Apr 1978.
- [126] C G Andeen, J J Fontanella, M C Wintersgill, P J Welcher, R J Kimble, and G E Matthews. Clustering in rare-earth-doped alkaline earth fluorides (dielectric relaxation). *Journal of Physics C: Solid State Physics*, 14:3557–3574, 1981.
- [127] <http://www.apiezon.de>, September 2011.

- [128] M R Abernathy, S Reid, E Chalkley, R Bassiri, I W Martin, K Evans, M M Fejer, A Gretarsson, G M Harry, J Hough, I MacLaren, A Markosyan, P Murray, R Nawrodt, S Penn, R Route, S Rowan, and P Seidel. Cryogenic mechanical loss measurements of heat-treated hafnium dioxide. *Class. Quantum Grav.*, 28:195017 (12pp), September 2011.
- [129] E C Chalkley. *Investigations of the Properties of Materials for the Optics and Suspensions of Future Gravitational Wave Detectors*. PhD thesis, University of Glasgow, März 2010.
- [130] E Chalkley, I Martin, S Reid, H Armandula, R Bassiri, M M Fejer, A Gretarsson, G Harry, J Hough, P Lu, I McLaren, S Penn, S Rowan, R Route, K Vijayraghavan, and A Woodcraft. The Mechanical Loss of Thin-Film Hafnia as a Function of Temperature. In *LIGO-G080314-00-Z*, <http://www.ligo.caltech.edu/docs/G/G080314-00.pdf>, 2008.
- [131] G Harry. Thermal noise from optical coatings. 10th Marcel Grossman Meeting Rio de Janeiro, Brazil, Juli 2003, <http://www.ligo.caltech.edu/docs/G/G030337-00/G030337-00.pdf>.
- [132] G M Harry, M R Abernathy, A E Becerra-Toledo, H Armandula, E Black, K Dooley, M Eichenfield, C Nwabugwu, A Villar, D R M Crooks, G Cagnoli, J Hough, C R How, I MacLaren, P Murray, S Reid, S Rowan, P H Sneddon, M M Fejer, R Route, S D Penn, P Ganau, J-M Mackowski, C Michel, L Pinard, and A Remillieux. Titania-doped tantala/silica coatings for gravitational-wave detection. *Class. Quant. Grav.*, 24:405–415, 2007.
- [133] G M Harry, H Armandula, E Black, D R M Crooks, G Cagnoli, J Hough, P Murray, S Reid, S Rowan, P Sneddon, M M Fejer, R Route, and S D Penn. Thermal noise from optical coatings in gravitational wave detectors. *Appl. Opt.*, 45(7):1569–1574, März 2006.
- [134] H Frey and R A Haefer. *Tieftemperaturtechnologie*. VDI-Verlag GmbH, 1981.
- [135] <http://www.oerlikon.com>, September 2011.
- [136] R Nawrodt, L Cunningham, R Flaminio, J Franc, D Heinert, J Hough, I W Martin, N Morgado, S Rowan, **C Schwarz**, and P Seidel. Mirror thermal noise calculation for ET. *ET technical report ET-027-09*, 2009.
- [137] M Morita, T Ohmi, E Hasegawa, M Kawakami, and K Suma. Control factor of native oxide growth on silicon in air or in ultrapure water. *Appl. Phys. Lett.*, 55(6):562–564, August 1989.
- [138] S Kroker. Charakterisierung mechanischer verluste dielektrischer schichten bei kryogenen temperaturen. Master’s thesis, Universität Jena, 2009.
- [139] T D Stowe, K Yasumura, T W Kenny, D Botkin, K Wago, and D Rugar. Attonewton force detection using ultrathin silicon cantilevers. *Appl. Phys. Lett.*, 71(7):288–290, 1997.

- [140] H J Mamin and D Rugar. Sub-attoneutron force detection at millikelvin temperatures. *Appl. Phys. Lett.*, 79(20):3358–3360, 2001.
- [141] K Wago, O Zuger, R Kendrick, C S Yannoni, and D Rugar. Low-temperature magnetic resonance force detection. *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures*, 14(2):1197 – 1201, 1996.
- [142] A Borrielli, M Bonaldi, E Serra, A Bagolini, and L Conti. Wideband mechanical response of a high-Q silicon double-paddle oscillator. *J. Micromech. Microeng.*, 21:065019 (10pp), 2011.
- [143] T Ono, D F Wang, and M Esashi. Time dependence of energy dissipation in resonating silicon cantilevers in ultra high vacuum. *Appl. Phys. Lett.*, 83(10):1950–1952, September 2003.
- [144] U Hilleringmann. *Silizium-Halbleitertechnologie*. Teubner Verlag, 2004.
- [145] F Pedrotti, L Pedrotti, W Bausch, and H Schmidt. *Optik für Ingenieure – Grundlagen*. Berlin: Springer Verlag, 2002.
- [146] J Komma. Messung und Charakterisierung von optischen Schichten für die Präzisionsmesstechnik. Master’s thesis, Friedrich-Schiller-Universität Jena, 2011.
- [147] B E Jr White and R O Pohl. Internal Friction of Subnanometer a-SiO₂ Films. *Phys. Rev. Lett.*, 75(24):4437–4439, December 1995.
- [148] S D Penn, P H Sneddon, H Armandula, J C Betzwieser, G Cagnoli, J Camp, D R M Crooks, M M Fejer, A M Gretarsson, G M Harry, J Hough, S E Kittelberger, M J Mortonson, R Route, S Rowan, and C C Vassiliou. Mechanical loss in tantalum/silica dielectric mirror coatings. *Class. Quant. Grav.*, 20:2917–2928, 2003.
- [149] I W Martin, R Nawrodt, H Armandula, C Comtet, M M Fejer, A Gretarsson, G Harry, J Hough, I McLaren, J-M M Mackowski, N Morgado, S Penn, S Reid, A Remillieux, S Rowan, R Route, **C Schwarz**, P Seidel, W Vodel, and A Zimmer. Measurements of a low temperature mechanical dissipation peak in a single layer of Ta₂O₅ doped with TiO₂. *Class. Quant. Grav.*, 25:055005, 2008. 7th Edoardo Amaldi Conference on Gravitational Waves, Sydney, Australien.
- [150] I W Martin, E Chalkley, R Nawrodt, H Armandula, R Bassiri, C Comtet, M M Fejer, A Gretarsson, G Harry, D Heinert, J Hough, I MacLaren, C Michel, J-L Montorio, N Morgado, S Penn, S Reid, R Route, S Rowan, **C Schwarz**, P Seidel, W Vodel, and A L Woodcraft. Comparison of the temperature dependence of the mechanical dissipation in thin films of Ta₂O₅ and Ta₂O₅ doped with TiO₂. *Class. Quant. Grav.*, 26:155012 (11pp), Juli 2009.
- [151] R P Netterfield, M Gross, F N Baynes, K L Green, G M Harry, H Armandula, S Rowan, J Hough, D R M Crooks, M M Fejer, R Route, and S D Penn. Low mechanical loss coatings for LIGO optics: progress report. Technical report, Proc. SPIE, 2005.

- [152] A Pimpinelli and J Villain. *Physics of Crystal Growth*. Cambridge University Press, 1998.
- [153] I W Martin, R Bassiri, R Nawrodt, M M Fejer, A Gretarsson, E Gustafson, G Harry, J Hough, I MacLaren, S Penn, S Reid, R Route, S Rowan, **C Schwarz**, P Seidel, J Scott, and A L Woodcraft. Effect of heat treatment on mechanical dissipation in Ta₂O₅ coatings. *Class. Quant. Grav.*, 27:225020 (13pp), Oktober 2010.
- [154] <http://www.srim.org>, November 2011.
- [155] X Liu, P D Vu, and R O Pohl. Generation of Low-Energy Excitations in Silicon. *Phys. Rev. Lett.*, 81(15):3171–3174, Oktober 1998.
- [156] X Liu, R O Pohl, and R S Crandall. Lattice vibration of amorphous and disordered crystalline silicon. *Physica B*, 280:251–252, 2000.
- [157] X Liu, R O Pohl, and D M Photiadis. Internal friction study of ion-implantation induced defects in silicon. *Materials Science & Engineering A*, 442:63–66, Februar 2006.
- [158] S Eichler. *Untersuchungen zu leerstellenartigen Kristalldefekten nach Ionenimplantation in Halbleitern*. PhD thesis, Mathematisch-Naturwissenschaftlich-Technischen Fakultät der Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg, 1997.
- [159] **C Schwarz** and P Seidel. Raman and near infrared spectroscopy of crystalline and amorphous silicon, März 2012.
- [160] J J Hall. Electronic Effects in the Elastic Constants of n-Type Silicon. *Phys. Rev. Lett.*, 161(3):756–761, 1967.
- [161] M E O’Hern, C J McHargue, C W White, and G C Farlow. The effect of chromiumimplantation on the hardness, elastic modulus and residual stress of Al₂O₃. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research*, B46:171–175, 1990.
- [162] M Punturo, M Abernathy, F Acernese, B Allen, N Andersson, K Arun, F Barone, B Barr, M Barsuglia, M Beker, N Beveridge, S Birindelli, S Bose, L Bosi, S Braccini, C Bradaschia, T Bulik, E Calloni, G Cella, C E Mottin, S Chelkowski, A Chincarini, J Clark, E Coccia, C Colacino, J Colas, A Cumming, L Cunningham, E Cuoco, S Danilishin, K Danzmann, G De Luca, R De Salvo, T Dent, R Derosa, L Di Fiore, A Di Virgilio, M Doets, V Fafone, P Falferi, R Flaminio, J Franc, F Frasconi, A Freise, P Fulda, J Gair, G Gemme, A Gennai, A Giazotto, K Glampedaki, M Granata, H Grote, G Guidi, G Hammond, M Hannam, J Harms, H Heinert, M Hendry, I Heng, E Hennes, S Hild, J Hough, S Husa, S Huttner, G Jones, F Khalili, K Kokeyama, K Kokkotas, B Krishnan, M Lorenzini, H Lück, E Majorana, I Mandel, V Mandic, I W Martin, C Michel, Y Minenkov, N Morgado, S Mosca, B Mours, H Müller-Ebhardt, P Murray, R Nawrodt, J Nelson, R Oshaughnessy, C D Ott, C Palomba, A Paoli, G Parguez, A Pasqualetti, R Passaquieti, D Passuello, L Pinard, R Poggiani, P Popolizio, M Prato, P Puppito, D Rabeling, P Rapagnani, J Read, T Regimbau, H Rehbein, S Reid, L Rezzolla, F Ricci, F Richard, A Rocchi, S Rowan, A Rüdiger,

- B Sassolas, B Sathyaprakash, R Schnabel, **C Schwarz**, P Seidel, A Sintes, K Somiya, F Speirits, K Strain, S Strigin, P Sutton, S Tarabrin, J van den Brand, C van Leewen, M van Veggel, C van den Broeck, A Vecchio, J Veitch, F Vetrano, A Vicere, S Vyatchanin, B Willke, G Woan, G Wolfango, and K Yamamoto. The third generation of gravitational wave observatories and their science reach. *Class. Quant. Grav.*, 27:084007, 2010.
- [163] M Punturo, M Abernathy, F Acernese, B Allen, N Andersson, K Arun, F Barone, B Barr, M Barsuglia, M Beker, N Beveridge, S Birindelli, S Bose, L Bosi, S Braccini, C Bradaschia, T Bulik, E Calloni, G Cella, C E Mottin, S Chelkowski, A Chincarini, J Clark, E Coccia, C Colacino, J Colas, A Cumming, L Cunningham, E Cuoco, S Danilishin, K Danzmann, G De Luca, R De Salvo, T Dent, R Derosa, L Di Fiore, A Di Virgilio, M Doets, V Fafone, P Falferi, R Flaminio, J Franc, F Frasconi, A Freise, P Fulda, J Gair, G Gemme, A Gennai, A Giazotto, K Glampedaki, M Granata, H Grote, G Guidi, G Hammond, M Hannam, J Harms, H Heinert, M Hendry, I Heng, E Hennes, S Hild, J Hough, S Husa, S Huttner, G Jones, F Khalili, K Kokeyama, K Kokkotas, B Krishnan, M Lorenzini, H Lück, E Majorana, I Mandel, V Mandic, I W Martin, C Michel, Y Minenkov, N Morgado, S Mosca, B Mours, H Müller-Ebhardt, P Murray, R Nawrodt, J Nelson, R Oshaughnessy, C D Ott, C Palomba, A Paoli, G Parguez, A Pasqualetti, R Passaquieti, D Passuello, L Pinard, R Poggiani, P Popolizio, M Prato, P Puppò, D Rabeling, P Rapagnani, J Read, T Regimbau, H Rehbein, S Reid, L Rezzolla, F Ricci, F Richard, A Rocchi, S Rowan, A Rüdiger, B Sassolas, B Sathyaprakash, R Schnabel, **C Schwarz**, P Seidel, A Sintes, K Somiya, F Speirits, K Strain, S Strigin, P Sutton, S Tarabrin, J van den Brand, C van Leewen, M van Veggel, C van den Broeck, A Vecchio, J Veitch, F Vetrano, A Vicere, S Vyatchanin, B Willke, G Woan, G Wolfango, and K Yamamoto. The Einstein Telescope: a third-generation gravitational wave observatory. *Class. Quant. Grav.*, 27:194002, 2010.
- [164] <http://www.nanosensors.com>, Februar 2012.
- [165] <http://www.edmundoptics.com>, Mai 2012.

Danksagung

Am Ende der Arbeit ist es mir eine große Freude, mich bei all denen zu bedanken, die mich während der vergangenen Jahre unterstützt und maßgeblich zum Gelingen der Arbeit maßgeblich beigetragen haben.

Als Erstes möchte ich Herrn Prof. Dr. Paul Seidel für die Ermöglichung dieser Arbeit in der AG Tieftemperaturphysik und seine Unterstützung danken.

Des Weiteren bin ich Dr. Ronny Nawrodt zu größtem Dank verpflichtet. Ohne seine umfassende Betreuung aller Fragestellungen und seine Art, die Ergebnisse der Gruppe unablässig mit neuen Ideen voranzubringen, wäre die vorliegende Arbeit in diesem Umfang nicht möglich gewesen.

Meinem langjährigen Studienkollegen Daniel Heinert danke ich für die unzähligen Diskussionen zum beiderseitigen Verständnis sowohl theoretischer, als auch experimenteller Problemstellungen. Ohne sie wäre mir eine Vielzahl verschiedener Zusammenhänge entgangen, was die Verknüpfung aus systematischer Messung und Theorie nahezu unmöglich gemacht hätte.

Gerd Hofmann, Julius Komma und Stefanie Kroker gilt mein Dank für die Unterstützung praktischer Laborarbeiten und Messungen sowie das angenehme Arbeitsklima.

Die Durchführung einer experimentellen Arbeit, die sich in hohem Maße mit der Weiterentwicklung und dem Neubau verschiedener Messplätze beschäftigt wäre undenkbar, wenn keine Werkstatt für den Bau sämtlicher Veränderungen am Aufbau zugegen wäre. Auf diesem Weg möchte ich mich daher bei Peter Hanse und im Besonderen bei Stephan Eiweleit bedanken, die mich trotz ständiger Fluten von Konstruktionen immer mit deren umgehender und exakter Realisierung maßgeblich unterstützt haben.

Matthias Thürk danke ich für jede Unterstützung bezüglich tieftemperaturtechnischer Fragestellungen.

Ohne die stete Versorgung mit kryogenen Medien wären nahezu keine der durchgeführten Messungen möglich gewesen. Daher gilt mein großer Dank Lutz Föllmer, Tobias Eißmann und Torsten Hilprecht.

In Bezug auf die Unterstützung bei elektronischen Fragestellungen danke ich Ralf Neubert und Holger Mühlig.

Allen Kollegen der Arbeitsgruppe Tieftemperaturphysik - allen voran unserer Sekretärin

Frau Sylvia Stender - danke ich recht herzlich für das hervorragende Arbeitsklima.

Thomas Käsebier und Bernd Höfer gilt mein Dank für die schwierige und aufwändige Präparation der Siliziumcantilever. Ohne ihre Expertise bei der Herstellung der Proben wäre das Erreichen der intrinsischen Materialgrenzen nicht möglich gewesen.

Dr. Claudia Schnohr und Gerald Lenk danke ich für die Möglichkeit der Ionenimplantation in die dielektrischen Schichten.

Prof. Jim Hough und Prof. Warren Johnson gebührt mein Dank für hilfreiche Hinweise und Anregungen bezüglich verschiedener Messeffekte, die niemals einen Weg in eine wissenschaftliche Veröffentlichung finden würden, für das Verständnis des Messaufbaus und der Ergebnisse aber von entscheidender Bedeutung sind.

Natürlich danke ich meinem gesamten Freundeskreis, der nicht unmittelbar mit der Arbeit zu tun hatte. Sämtliche Unternehmungen führten immer zu einer willkommenen Ablenkung vom Laboralltag.

Das Vorhaben einer Promotion ist ohne den Rückhalt und das Verständnis einer Familie nicht realisierbar. Aus diesem Grund danke ich meinen Eltern und Geschwistern, sowie Reinhard und Heike Hoffmann.

Die letztgenannte, wohl aber wichtigste Person ist Annett. Ohne ihre Liebe, Fürsorge sowie das große Verständnis für den hohen Stellenwert meiner Arbeit in meinem Leben, wären die erhaltenen Ergebnisse unerreichbar gewesen.

Abschließend danke ich der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) sowie der Europäischen Union für die finanzielle Unterstützung im Rahmen des SFB Transregio 7 sowie den EU-Projekten ILIAS und der ET Design Studie. Ohne die Finanzierung des Sonderforschungsbereichs Transregio 7 wären die in dieser Arbeit präsentierten Ergebnisse ebenfalls nicht möglich gewesen. Die EU-Projekte ILIAS und die ET Design Studie ermöglichten es mir, im Rahmen unterschiedlicher Konferenzen und Workshops meine Ergebnisse einem breiten, internationalen Fachpublikum vorzustellen.

Lebenslauf

| | |
|-------------------|---|
| geboren am | Christian Schwarz |
| in | 22.06.1982 |
| Familienstand | Schleiz |
| | ledig |
| 09/1989 – 07/1999 | Staatliche Regelschule Johann Wolfgang v. Goethe Abschluss: Realschulabschluss |
| 08/1999 – 07/2002 | Dr. Konrad Duden Gymnasium Abschluss: Abitur |
| 10/2002 – 10/2007 | Studium Technische Physik Friedrich-Schiller-Universität Jena |
| 26.10.2007 | Abschluss: Diplom-Physiker |
| seit 11/2007 | wissenschaftlicher Mitarbeiter im Sonderforschungsbereich Transregio 7 „Gravitationswellenastronomie“ Teilprojekt C4 (Institut für Festkörperphysik, Friedrich-Schiller-Universität Jena) |

Ehrenwörtliche Erklärung

Ich erkläre hiermit ehrenwörtlich, dass ich die vorliegende Arbeit selbständig, ohne unzulässige Hilfe Dritter und ohne Benutzung anderer als der angegebenen Hilfsmittel und Literatur angefertigt habe. Die aus anderen Quellen direkt oder indirekt übernommenen Daten und Konzepte sind unter Angabe der Quelle gekennzeichnet.

Weitere Personen waren an der inhaltlich-materiellen Erstellung der vorliegenden Arbeit nicht beteiligt. Insbesondere habe ich hierfür nicht die entgeltliche Hilfe von Vermittlungs- bzw. Beratungsdiensten (Promotionsberater oder andere Personen) in Anspruch genommen. Niemand hat von mir unmittelbar oder mittelbar geldwerte Leistungen für Arbeiten erhalten, die im Zusammenhang mit dem Inhalt der vorgelegten Dissertation stehen.

Die Arbeit wurde bisher weder im In- noch im Ausland in gleicher oder ähnlicher Form einer anderen Prüfungsbehörde vorgelegt.

Die geltende Promotionsordnung der Physikalisch-Astronomischen Fakultät ist mir bekannt.

Ich versichere ehrenwörtlich, dass ich nach bestem Wissen die reine Wahrheit gesagt und nichts verschwiegen habe.