

RUPRECHT-KARLS-UNIVERSITÄT HEIDELBERG



Markus Linck

Entwicklung eines metallischen
magnetischen Kalorimeters
für die hochauflösende
Röntgenspektroskopie

Dissertation

HD-KIP-07-05

KIRCHHOFF-INSTITUT FÜR PHYSIK

INAUGURAL-DISSERTATION

zur

Erlangung der Doktorwürde

der

Naturwissenschaftlichen-Mathematischen

Gesamtfakultät

der

Ruprecht-Karls-Universität

Heidelberg

vorgelegt von

Dipl.-Phys. Markus Linck

aus Frankenthal / Pfalz

Tag der mündlichen Prüfung: 2. Mai 2007

Entwicklung eines metallischen
magnetischen Kalorimeters für die
hochauflösende Röntgenspektroskopie

Gutachter: Prof. Dr. Christian Enss
Prof. Dr. Heinz Horner

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurde ein metallisches magnetisches Kalorimeter für den hochauflösenden Nachweis von einzelnen Röntgenquanten entwickelt. Der Detektor besteht aus einem Röntgenabsorber und einem paramagnetischen Temperatursensor. Bei der Absorption eines Röntgenquants wird die Temperaturerhöhung im paramagnetischen Sensor über die Änderung seiner Magnetisierung mit Hilfe eines rauscharmen SQUID-Magnetometers nachgewiesen. Die thermodynamischen Eigenschaften des Detektors können im Rahmen einer Molekularfeldtheorie gut beschrieben werden. Basierend hierauf lässt sich eine Optimierung des Detektors bezüglich der Signalgröße durchführen. Die maximal erreichbare Energieauflösung wird durch thermodynamische Energiefluktuationen zwischen Absorber, Wärmebad und Thermometer begrenzt. Ein interessantes Anwendungsgebiet für ein metallisches magnetisches Kalorimeter ist die Röntgenastronomie und die Untersuchung im Röntgenbereich emittierender Objekte. Durch die hochauflösende Röntgenspektroskopie lassen sich eine Vielzahl an Informationen über die physikalischen Vorgänge auch von weit entfernten Objekten erhalten. Das in dieser Arbeit entwickelte magnetische Kalorimeter besitzt einen metallischen Absorber mit einer Quanteneffizienz von über 98 % bei 6 keV. Die Energieauflösung dieses Detektors lässt sich mit $\Delta E_{\text{FWHM}} = 2,7 \text{ eV}$ bei 5,9 keV angeben. Die Abweichung der Signalhöhe des Detektors von einem linearen Verhalten beträgt nur 0,8 % bei einer Energie von 5,9 keV.

Development of a Metallic Magnetic Calorimeter for High Resolution Spectroscopy

In this thesis the development of a metallic magnetic calorimeter for high resolution detection of single x-ray quanta is described. The detector consists of an x-ray absorber and a paramagnetic temperature sensor. The raise in temperature of the paramagnetic sensor due to the absorption of a single x-ray is measured by the change in magnetization of the sensor using a low-noise SQUID magnetometer. The thermodynamic properties of the detector can be described by a theoretical model based on a mean field approximation. This allows for an optimization of the detector design with respect to signal size. The maximal achievable energy resolution is limited by thermodynamic energy fluctuations between absorber, heat bath and thermometer. An interesting field of application for a metallic magnetic calorimeter is x-ray astronomy and the investigation of x-ray emitting objects. Through high-resolution x-ray spectroscopy it is possible to obtain information about physical processes of even far distant objects. The magnetic calorimeter that was developed in this thesis has a metallic absorber with a quantum efficiency of 98 % at 6 keV. The energy resolution of the magnetic calorimeter is $\Delta E_{\text{FWHM}} = 2.7 \text{ eV}$ at 5.9 keV. The deviation of the detector response from a linear behavior of the detector is only 0.8 % at 5.9 keV.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Röntgenastronomie	5
2.1	Entstehung von Röntgenstrahlung	5
2.1.1	Bremsstrahlung	5
2.1.2	Charakteristische Strahlung	6
2.2	Röntgenquellen	7
2.2.1	Solare Röntgenquellen	7
2.2.2	Extra-solare Röntgenquellen	8
2.3	Astrophysik	9
2.3.1	Ionisationsmechanismen	9
2.3.2	Temperatur eines Plasmas	10
2.3.3	Dichte des Plasmas	10
2.3.4	Geschwindigkeitsverteilungen	10
2.3.5	Optische Tiefe des Plasmas	11
3	Hochauflösende Röntgenspektroskopie	13
3.1	Wellenlängenabhängige Spektrometer	13
3.1.1	Chandra Röntgenteleskop	14
3.2	Tiefemperaturdetektoren	16
3.2.1	Halbleiter-Thermistoren	17

3.2.2	Supraleitende Phasenübergangsthermometer	22
4	Metallische magnetische Kalorimeter	31
4.1	Detektionsprinzip magnetischer Kalorimeter	31
4.2	Physikalische Eigenschaften des Sensormaterials	33
4.3	Simulation der Signalhöhe und der Magnetisierung	37
4.4	Mäanderförmiger Detektor	42
4.5	Energieauflösung	43
5	Erzeugung tiefer Temperaturen	47
5.1	Adiabatische Entmagnetisierung	47
5.2	Heliumbad-Kryostat	49
5.3	Pulsröhrenkühler	50
5.4	Thermometrie und Temperaturstabilisierung	54
6	SQUID-Magnetometer	57
6.1	dc-SQUID-Magnetometer	57
6.2	Zwei-stufiges dc-SQUID-Magnetometer	60
6.3	Magnetisches Flussrauschen eines zwei-stufigen dc-SQUID-Magnetometers	61
7	Experimentelle Entwicklungen eines hochauflösenden magnetischen Kalorimeters	65
7.1	Experimenteller Aufbau	65
7.2	Leitungsführung	67
7.3	Signalverarbeitung	69

7.4	Röntgenquelle	71
7.5	Magnetisierungsmessung	72
7.6	Pulsform	74
7.7	Signalhöhe	76
7.8	Gesamtspektrum von ^{55}Mn	79
7.9	K_{α} -Linie von ^{55}Mn	82
7.10	K_{β} -Linie von ^{55}Mn	84
7.11	Temperaturstabilität	85
7.12	Energieauflösung aus der Analyse des Rauschens	88
7.13	Linearität	92
7.14	Magnetisches Kalorimeter mit einer mäanderförmigen Detektionsspule	95
7.15	Messung von Röntgenfluoreszenzstrahlung im Pulsröhrenkühler	97
8	Zusammenfassung	101
	Literaturverzeichnis	103
	Danksagung	107

1. Einleitung

Wilhelm Conrad Röntgen beobachtete im Jahre 1895 bei Experimenten mit Kathodenstrahlen eine neue Art von Strahlung, die selbst größere Materialschichten fast mühelos durchdringen konnte. Die von ihm zunächst als *X-Strahlung* bezeichnete Strahlung konnte er durch ihr Aufleuchten an einem Fluoreszenzschirm nachweisen [Rön96]. Im Jahre 1901 erhielt er für die Entdeckung und Charakterisierung der später nach ihm benannten Röntgenstrahlung den erstmalig verliehenen Nobelpreis für Physik.

Im Jahre 1896 experimentierte Henri Becquerel mit der Phosphoreszenz von Uransalzen. Nachdem er ein Stück Uranpechblende auf eine dicht verpackte Photoplatte gelegt hatte, fand er ein geschwärztes Abbild dieses Stückes auf der Photoplatte, obwohl kein Licht eingefallen sein konnte. Ähnlich wie bei der kurz vorher entdeckten Röntgenstrahlung musste es sich hierbei um eine durchdringende Strahlung handeln, die von dem Stück Uranpechblende ausging. Marie und Pierre Curie isolierten in jahrelanger Arbeit aus Uranpechblende das Element Polonium und das Element Radium. Beide Elemente besitzen eine viel höhere Aktivität als reines Uran. Im Magnetfeld wird die Strahlung in drei Anteile aufgespalten, der α -Strahlung, der β -Strahlung und der γ -Strahlung. Im Jahre 1903 erhielten die drei Wissenschaftler für die Entdeckung der spontanen Kernumwandlung und die Untersuchung der Wechselwirkung mit Materie den Nobelpreis für Physik.

Die neu entdeckten Strahlungsarten erwiesen sich als ideales Werkzeug, um Aufschluss über den Aufbau der Materie zu erhalten. Um die Strahlung sowohl qualitativ als auch quantitativ messen zu können, wurden erste Nachweisapparaturen entwickelt. Im Jahre 1903 wiesen P. Curie und A. Laborde [Cur03] die Strahlung, die von einem Radiumpräparat ausgeht, über die sich entwickelnde Wärme in einem Absorber kalorimetrisch nach. Im Laufe der Zeit wurden eine Vielzahl unterschiedlicher Instrumente für hochenergetische Teilchen und Röntgenquanten entwickelt. Zu diesen zählen die Blaskammer, Proportionalzählrohre, Szintillationszähler, Kristallspektrometer und Halbleiter-Ionisationsdetektoren. Zum Beispiel besitzen heutige Kristallspektrometer eine exzellente Energieauflösung von unter 1 eV, wobei jedoch anzumerken ist, dass der Nachweis von Röntgenquanten durch die Beugung an einem Kristallgitter nur in einem bestimmten Energieintervall erfolgen kann. Energiedisperive Detektoren, wie zum Beispiel die Halbleiter-Ionisationsdetektoren, können Röntgenquanten gleichzeitig in einem sehr großen Energiebereich nachweisen. Die maximal erreichbare Energieauflösung ist jedoch auf etwa $E_{\text{FWHM}} > 100$ eV beschränkt. Auch stellt bei beiden Methoden die energieabhängige Nachweiswahrscheinlichkeit ein Problem bei der Auswertung von absoluten Aktivitätsmessungen dar.

Neben den oben genannten Nachweismethoden wird seit etwa 25 Jahren an der Entwicklung von Tieftemperatur-Kalorimetern gearbeitet. Die grundlegende Idee

wurde bereits 1935 von F. Simon [Sim35] vorgeschlagen. Um die Temperaturerhöhung bei einem Wärmeeintrag zu vergrößern, sollte die Wärmekapazität eines Kalorimeters durch den Betrieb bei tiefen Temperaturen verringert werden.

Das Konzept eines magnetischen Kalorimeters wurde erstmals von M. Bühler und E. Umlauf [Büh88] verwirklicht. Dabei wird die Magnetisierung eines paramagnetischen Dielektrikums zur Messung der Temperatur genutzt. Die Thermalisierungszeiten bei einem Wärmeeintrag in das System sind aber auf Grund der schwachen Spin-Gitter-Kopplung verhältnismäßig lang und für viele Anwendungen ungeeignet. Das Problem kann jedoch gelöst werden, indem man paramagnetisch dotierte Metalle verwendet [Ban93]. Die Relaxationszeit zwischen den magnetischen Momenten und den Elektronen des Leitungsbandes kann bei ausgewählten Legierungen auch noch bei tiefen Temperaturen kürzer als eine Mikrosekunde sein.

In den nun folgenden Kapiteln wird das in dieser Arbeit entwickelte metallische magnetische Kalorimeter im Detail besprochen. In Kapitel 2 wird zunächst eine kurze Einführung in das Gebiet der Röntgenastronomie gegeben. Es wird der Ursprung von Röntgenstrahlung erklärt und es werden exemplarisch astronomische Objekte gezeigt, die Röntgenstrahlung emittieren. In der Analyse der detektierten Röntgenstrahlung liegt ein großes wissenschaftliches Potenzial, da man eine Fülle an Informationen über den Zustand und die physikalischen Vorgänge in den emittierenden Röntgenquellen erhalten kann.

In Kapitel 3 wird ein Überblick über verschiedene Konzepte für die hochauflösende Röntgenspektroskopie gegeben. Es gibt zum einen wellenlängenabhängige Spektrometer, die am Beispiel des Röntgensatelliten Chandra erläutert werden. Zum anderen kann die Röntgenstrahlung mit Hilfe von Tieftemperaturdetektoren nachgewiesen werden. Hierzu gehören, neben dem in dieser Arbeit verwendeten Konzept des metallischen magnetischen Kalorimeters, Halbleiter-Thermistoren und supraleitende Phasenübergangsthermometer.

Das Detektionsprinzip eines metallischen magnetischen Kalorimeters wird in Kapitel 4 erklärt. Es wird auf die physikalischen Eigenschaften des Sensormaterials eingegangen. Im darauf folgenden Abschnitt wird eine Simulation der erwarteten Signalthöhen und der Magnetisierung gezeigt, die später mit den durchgeführten Messungen verglichen werden können. Anschließend wird die Energieauflösung eines metallischen magnetischen Kalorimeters diskutiert.

In Kapitel 5 geht es um die Erzeugung von tiefen Temperaturen und die Stabilisierung der Badtemperatur des Kryostaten. Die Experimente wurden während der Doktorarbeit in einem ADR-Kryostaten und einem Pulsröhrenkühler bei tiefen Temperaturen durchgeführt. Es wird die Funktionsweise der beiden Kryostate erklärt. Ebenfalls wird die Bedeutung einer guten Temperaturstabilisierung für eine hohe Energieauflösung des Detektors diskutiert.

Die Funktionsweise eines SQUID-Magnetometers wird in Kapitel 6 vorgestellt. Die Magnetisierungsänderung im Sensormaterial nach der Absorption eines Röntgenquants lässt sich präzise mit Hilfe eines rauscharmen SQUID-Magnetometers messen.

Die Verwendung eines SQUID-Magnetometers stellt eine notwendige Voraussetzung für die Realisierung eines hochauflösenden Röntgendetektors dar.

In Kapitel 7 wird das in dieser Arbeit entwickelte metallische magnetische Kalorimeter für die hochauflösende Röntgenspektroskopie im Detail diskutiert. Im vorletzten Abschnitt wird ein kurzer Ausblick auf das interessante Konzept eines magnetischen Kalorimeters mit einer mäanderförmigen Detektionsspule gegeben. Diese bietet die Möglichkeit von großen Absorptionsflächen und großen Absorberwärmekapazitäten bei gleichzeitig guter Energieauflösung. Abschließend werden die durchgeführten Experimente zum Nachweis von Röntgenfluoreszenzstrahlung in einem Pulsröhrenkühler vorgestellt. Dazu wurde ein spezieller Detektoraufbau entwickelt, mit dessen Hilfe man am Ende des Kühlfingers eines Pulsröhrenkühlers einen funktionierenden Detektor betreiben und von außerhalb des Kryostaten emittierte Röntgenstrahlung nachweisen kann. Der Kühlfinger ist dabei so dimensioniert, dass er in ein kommerzielles Rasterelektronenmikroskop eingeführt werden kann, um die dort sehr lokal erzeugte Röntgenfluoreszenzstrahlung nachzuweisen. Die Kombination aus Rasterelektronenmikroskop und hochauflösendem Detektor könnte in Zukunft eine orts aufgelöste Analyse der Elemente auf einer Festkörperoberfläche und bei extrem hoher Energieauflösung sogar die Analyse des chemischen Bindungszustandes erlauben.

2. Röntgenastronomie

Als Röntgenstrahlung bezeichnet man elektromagnetische Strahlung im Energiebereich von etwa 0,1 eV bis etwa 500 keV. Sie wurde im Jahre 1895 von Wilhelm Conrad Röntgen [Rön96] entdeckt und zunächst als X-Strahlung bezeichnet. Der Energiebereich unterhalb von 10 keV wird meist als *weiche* Röntgenstrahlung, der darüber als *harte* Röntgenstrahlung bezeichnet. Da die Erdatmosphäre für elektromagnetische Strahlung im Röntgenbereich undurchlässig ist, begann die Beobachtung von astronomischen Objekten im Röntgenbereich erst mit der Verfügbarkeit von Forschungsraketen, Satelliten und hochfliegenden Ballons. Zu den erfolgreichen Röntgensatelliten gehören unter anderem ROSAT¹, Chandra und XMM-Newton².

2.1 Entstehung von Röntgenstrahlung

2.1.1 Bremsstrahlung

Einer der Erzeugungsprozesse für Röntgenstrahlung ist die so genannte Bremsstrahlung. Das Wort Bremsstrahlung bezeichnet dabei sowohl den Prozess als auch die entstehende Strahlung. Bremsstrahlung entsteht, wenn ein geladenes Teilchen beschleunigt, abgelenkt oder abgebremst wird. Meistens handelt es sich dabei um Elektronen, die durch das elektrische Feld, das sich in der Nähe des Kerns befindet, abgebremst werden. Zum Beispiel lässt sich in einer Kathodenstrahlröhre Bremsstrahlung durch das Auftreffen von stark beschleunigten Elektronen auf eine Metallanode erzeugen. Gemäß der klassischen Elektrodynamik strahlen die abgebremsten Elektronen senkrecht zur Richtung der Beschleunigung. Für sehr hohe Teilchengeschwindigkeiten kommt es zu einer Abstrahlung in Vorwärtsrichtung. Dieser Effekt kann mit Hilfe der speziellen Relativitätstheorie beschrieben werden.

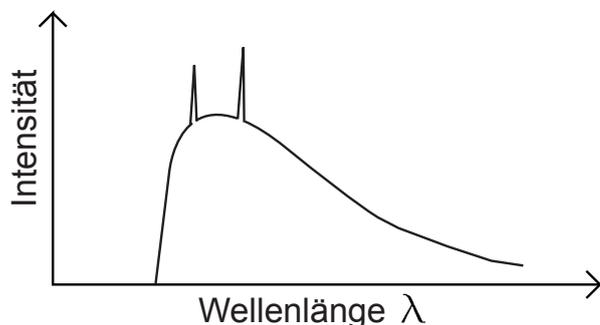


Abbildung 2.1: Schematische Darstellung des Bremsstrahlungsspektrums in Abhängigkeit von der Wellenlänge λ .

In Abbildung 2.1 ist eine schematische Darstellung des Bremsstrahlungsspektrums

¹Abkürzung für ROentgenSATellit, ein deutsches Projekt, in Betrieb von 1990 bis 1999.

²Abkürzung für X-Ray Multi Mirror.

in Abhängigkeit von der Wellenlänge λ gezeigt. Bremsstrahlung besteht aus einem kontinuierlichen Spektrum, das von kleinen Wellenlängen zunächst in der Intensität ansteigt und zu größeren Wellenlängen wieder abnimmt. Es existiert eine kleinste Wellenlänge, die der maximalen Energie der Bremsstrahlung entspricht. In diesem Fall strahlt das Elektron seine gesamte kinetische Energie in Form eines Photons ab.

2.1.2 Charakteristische Strahlung

Neben dem kontinuierlichen Spektrum, welches durch die Bremsstrahlung erzeugt wird, treten auch diskrete Linien im Energiespektrum auf. Die Linien sind in Abbildung 2.1 ebenfalls angedeutet. Der Ursprung dieser diskreten Linien kann durch einen Übergang in den Hüllen der beteiligten Atome erklärt werden. Den Übergang bezeichnet man als Röntgenfluoreszenz.

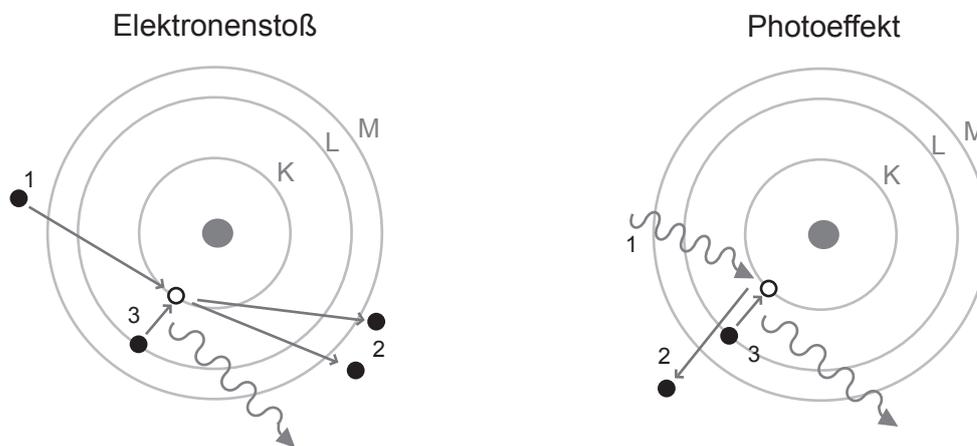


Abbildung 2.2: Schematische Darstellung von zwei möglichen Prozessen zur Erzeugung von Röntgenfluoreszenz durch einen Elektronenstoß bzw. den Photoeffekt.

In Abbildung 2.2 ist eine schematische Darstellung von zwei möglichen Prozessen zur Erzeugung von Röntgenfluoreszenz gezeigt. Zum einen ist es durch ein energiereiches Elektron möglich, ein tief in der Atomhülle liegendes Elektron (z.B. auf der K-Schale) aus der Hülle zu schlagen. Der dadurch entstandene freie Platz auf der K-Schale ist energetisch günstig und wird von einem Elektron aus einer weiter außen liegenden Schale besetzt, wobei ein Photon emittiert wird. Handelt es sich dabei um ein Elektron aus der L-Schale, so bezeichnet man die dabei im Spektrum entstehende Röntgenfluoreszenzlinie als K_{α} -Linie bzw. als K_{β} -Linie bei einem Übergang von der M-Schale auf die K-Schale. Eine weitere Möglichkeit zur Erzeugung von Röntgenfluoreszenz ist der Photoeffekt. Durch die Absorption eines hochenergetischen Photons kann ein Elektron aus einer tief in der Atomhülle liegenden Schale das Atom verlassen. Wie bereits oben beschrieben, wird der dadurch entstandene freie Platz durch ein Elektron aus einer weiter außen liegenden Schale besetzt und es wird ein Photon mit einer wohldefinierten Energie emittiert.

Die ausgestrahlte Röntgenfluoreszenz kann eindeutig einem bestimmten Element zugeordnet werden. Sie ist, ähnlich wie ein Fingerabdruck, ein charakteristisches Merkmal für die an den Prozessen beteiligten Atome. So lassen sich auch über astronomische Distanzen präzise Aussagen über die atomare Zusammensetzung von Sternen und Plasmen treffen.

2.2 Röntgenquellen

2.2.1 Solare Röntgenquellen

Eine von der Erde aus betrachtete sehr nahe Röntgenquelle ist unsere Sonne, genauer gesagt die Korona der Sonne. Die Korona besteht aus sehr heißem, ionisiertem Plasma. Das Plasma wird durch Stoßwellen aus der Wasserstoff-Konvektionszone der Photosphäre und durch den Einschluss in Magnetfeldschläuchen auf Temperaturen von über 2 Millionen Grad Celsius geheizt.

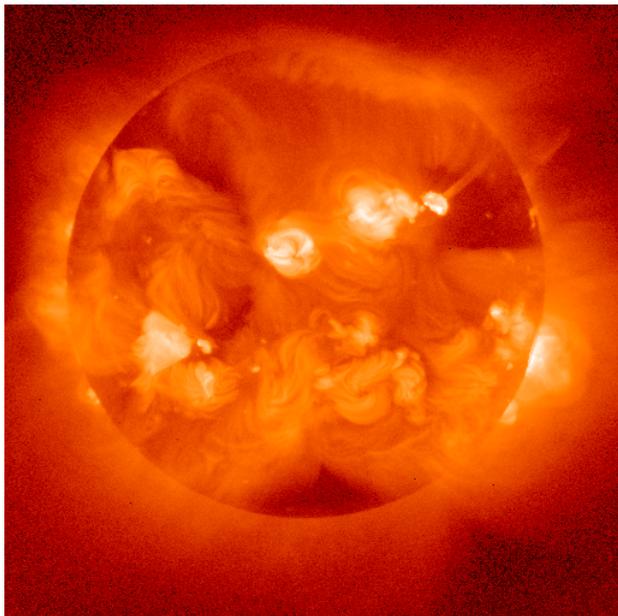


Abbildung 2.3: Aufnahme der Sonnenkorona im Röntgenbereich durch das *Soft X-ray Telescope* an Bord des *Yohkoh* Satelliten [Act92]. Die Temperaturen in der Korona betragen über 2 Millionen Grad Celsius.

In [Abbildung 2.3](#) ist eine Aufnahme der Sonnenkorona im Röntgenbereich gezeigt. Die Aufnahme wurde vom *Soft X-ray Telescope* an Bord des *Yohkoh* Satelliten erstellt. Man erkennt eine Vielzahl von Plasma-Ausbrüchen an der Sonnenoberfläche, so genannte Sonnen-Flares³. Diese treten vor allem in der Nähe der Sonnenflecken auf und haben auch einen Einfluss auf die Magnetosphäre der Erde. Besonders während der Zeit mit einer erhöhten Anzahl an Sonnenflecken kommt es auf der Erde zu einer Aktivitätszunahme der Polarlichter und zu vermehrten Funk- und Kommunikationsstörungen.

³Aus dem Englischen für Fackel.

2.2.2 Extra-solare Röntgenquellen

Nachdem die ersten Röntgensatelliten verfügbar waren, wurde eine ganze Reihe von extra-solaren Röntgenquellen entdeckt. Allein mit ROSAT wurden bei der Durchmusterung des Himmels mehr als 125 000 neue Röntgenquellen gefunden. Die physikalischen Ursachen dieser hochenergetischen Phänomene reichen von Stoßfronten in stellaren Winden, den Materieaustausch in Doppelsternsystemen über Supernova-Überresten bis hin zu aktiven Galaxiekernen.

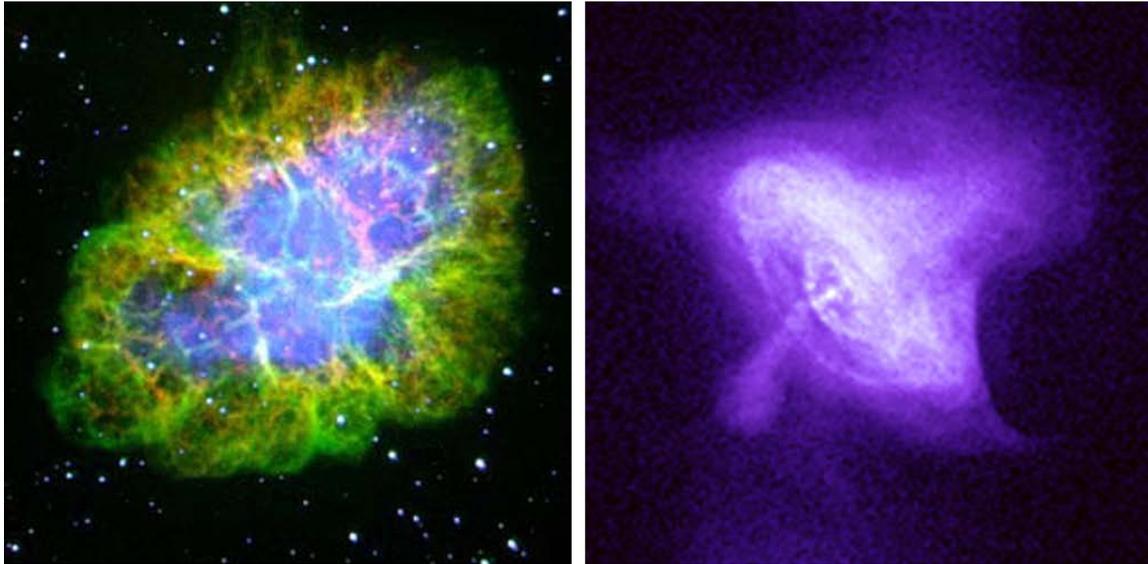


Abbildung 2.4: Krebsnebel, (links) optische Aufnahme vom *Hubble Space Telescope* [Hes05], (rechts) Aufnahme im Röntgenbereich von *Chandra* (0,3 – 3 keV) [Hes02]. Das rechte Bild zeigt nur einen kleineren Ausschnitt aus dem Zentrum des Krebsnebels.

Ein interessantes Beispiel für die Beobachtungsmöglichkeiten, welche die Röntgenastronomie bietet, ist der bekannte Krebsnebel. Der Krebsnebel hatte seinen Ursprung in einer Supernovaexplosion im Jahre 1084. Es gibt historische Aufzeichnungen, die einen neuen, hellen Stern (nova) beschreiben, der auch am Taghimmel sichtbar war.

In Abbildung 2.4 ist auf der linken Seite eine optische Aufnahme des Krebsnebels gezeigt. Die Aufnahme wurde mit Hilfe des *Hubble Space Telescope* aufgenommen [Hes05]. Man erkennt deutlich die sich in alle Raumrichtungen ausbreitenden Reste der Supernovaexplosion. Dabei handelt es sich vor allem um ionisiertes Helium und Wasserstoff aus der Atmosphäre des Ursprungsterns. Auf der rechten Seite befindet sich eine Aufnahme im Röntgenbereich zwischen 0,3 und 3 keV. Die Aufnahme wurde vom Röntgensatelliten *Chandra* aufgenommen [Hes02]. Die beiden Bilder geben nicht den gleichen Bereich wieder. Das rechte Bild zeigt nur einen kleineren Ausschnitt aus dem Zentrum des Krebsnebels. Man erkennt deutlich eine Struktur, die in der optischen Aufnahme nicht sichtbar ist. Im Zentrum des Krebsnebels befindet sich ein Pulsar, der aus dem Ursprungstern hervorgegangen ist. Es handelt sich hierbei

um einen Neutronenstern, der sehr schnell um seine eigene Achse rotiert und ein sehr großes Magnetfeld von bis zu 10^6 Tesla besitzt. An den Polen kommt es zu so genannten Jets⁴, geladenen, relativistischen Teilchenströmen, die an der Stoßfront mit dem ionisierten Gas des Nebels sehr intensive elektromagnetische Strahlung vom Radio- bis zum Röntgenbereich erzeugen. Ebenfalls entsteht durch das Auftreffen von starken äquatorialen Winden auf das ionisierte Gas des Nebels sehr intensive elektromagnetische Strahlung. Auf Grund der hohen Teilchengeschwindigkeiten sind die Veränderungen dieser Regionen sehr dynamisch und können das Erscheinungsbild des inneren Bereichs des Nebels in astronomisch kurzen Zeiträumen von Wochen bzw. Monaten stark ändern.

2.3 Astrophysik

Die Beobachtung von astronomischen Objekten im Röntgenbereich bietet eine ganze Reihe von Möglichkeiten, Informationen über die physikalischen Prozesse in und den Zuständen von weit entfernten Objekten zu erhalten. Neben der direkten Beobachtung von Röntgenquellen lassen sich auch zwischen dem Objekt und dem Beobachter liegende Plasmen untersuchen. Diese Plasmen absorbieren einen Teil der ursprünglich von der Röntgenquelle emittierten Strahlung, was sich im Spektrum als Absorptionslinien bemerkbar macht. Im Folgenden soll nun auf einige wichtige physikalische Prozesse eingegangen werden, die durch die Beobachtung im Röntgenbereich untersucht werden können [Por05].

2.3.1 Ionisationsmechanismen

Bei der Beobachtung von Plasmen stellt sich die interessante Frage, durch welchen Mechanismus das Plasma ionisiert worden ist. Als Antwort findet man zwei in ihrer Ursache sehr unterschiedliche Mechanismen. Den einen bezeichnet man als Stoßionisation, den anderen als Photoionisation. Eine ausführliche Diskussion der beiden Prozesse findet sich bei R. Mewe [Mew99] und D.A. Liedahl [Lie99].

Bei der Stoßionisation kommt es auf Grund der Kollision von zunächst elektrisch neutralen Gasteilchen zu einer Ionisation des Gases. Dieser Prozess tritt vor allem in der Korona von Sternen und bei den Überresten von Supernovaexplosionen auf, bei dem Gase mit hohen Teilchengeschwindigkeiten und Dichten aufeinanderprallen. Durch die Wechselwirkung der Ionen mit den nun freien Elektronen kommt es zu einer Aufheizung des Plasmas. Zusätzlich erzeugen die Elektronen durch Stöße an den Ionen Bremsstrahlung. Die Ionen können durch Rekombination und Übergänge zwischen den verschiedenen Schalen der Atomhülle Strahlung emittieren. Das elektromagnetische Spektrum, welches von einem stoßionisierten Plasma ausgeht, ist im Wesentlichen durch seine Temperatur gegeben. Die Temperatur im Plasma bestimmt

⁴Aus dem Englischen für Strahl.

den Grad der Ionisierung der Gasatome, was wiederum die Stärke der einzelnen Linienemissionen festlegt.

Die Photoionisation hat ihre Ursache in der Absorption von Photonen, die von einer externen Strahlungsquelle stammen. Ein Beispiel für ein photoionisiertes Plasma sind Wolken um aktive galaktische Zentren. Das vom Plasma emittierte Spektrum ist sowohl von der Plasmatemperatur als auch von der Form und Intensität der externen Strahlungsquelle abhängig. Dadurch kommt es, verglichen mit der Emission bei stoßionisiertem Plasma, zu einer anderen Ausprägung und Stärke der einzelnen Linienemissionen. Die signifikanten Unterschiede in den Spektren von stoßionisiertem und photoionisiertem Plasma können dazu verwendet werden, zwischen den beiden Ionisationsmechanismen zu unterscheiden.

2.3.2 Temperatur eines Plasmas

Es gibt eine Vielzahl von Möglichkeiten, die Temperatur eines Plasmas zu ermitteln. Bei stoßionisiertem Plasma kann man die Temperatur aus dem Ionisationsgrad ermitteln. Dieser kann durch eine Analyse der Linienverteilung im Spektrum und deren Stärke berechnet werden.

Bei photoionisierten Plasmen hängt der Ionisationsgrad zusätzlich von der externen Strahlungsquelle ab. Dabei sind die Leuchtkraft der externen Strahlungsquelle, der Abstand zwischen dem Plasma und der externen Strahlungsquelle und die Elektronendichte im Plasma zu berücksichtigen. Unabhängig davon lässt sich für ein photoionisiertes Plasma die Temperaturinformation aus der Breite des so genannten RRC⁵-Merkmals ermitteln. Diese ist näherungsweise über $\Delta E \sim k_B T$ mit der Temperatur verknüpft.

2.3.3 Dichte des Plasmas

Die Dichte des Plasmas ist mit der Elektronendichte des Plasmas verbunden. Bei hohen Dichten kommt es durch Stöße zwischen den freien Elektronen und den Ionen zu Anregungen der Elektronen innerhalb der Atomhülle auf höhere Energieniveaus. Das Resultat ist eine Verschiebung der Linienintensitäten im Spektrum. Durch eine Analyse der Stärke der einzelnen Linien lässt sich auf die Elektronendichte des Plasmas schließen und damit auf die Dichte des Plasmas.

2.3.4 Geschwindigkeitsverteilungen

Die Geschwindigkeitsverteilung im Plasma hat einen Einfluss auf die Form und Lage der Linien im Spektrum. Bewegungen entlang der Sichtlinie zum Beobachter führen zu einer Dopplerverschiebung um den Wert $\Delta E/E_0 = v/c$, wobei E_0 die Energie der

⁵Radiative Recombination Continua, nur sichtbar bei photoionisierten Plasmen auf Grund der niedrigeren Temperaturen.

unverschobenen Linie sei und v die Geschwindigkeit des Plasmas. Geschwindigkeitsverteilungen innerhalb des Plasmas erzeugen eine Verbreiterung der Linien im Spektrum. Die Verbreiterung der Linien kann dazu genutzt werden, eine Aussage über die Geschwindigkeitsverteilung im Plasma aus dem gemessenen Spektrum zu ermitteln. Tieftemperaturdetektoren besitzen ein Auflösungsvermögen von $E_0/\Delta E \simeq 2200$ (siehe auch Abschnitt 7.9). Damit lassen sich Geschwindigkeiten aus der Breite bzw. der Verschiebung im Spektrum von $v_{\min} \simeq 130$ km/s messen. Zum Vergleich für die typische Geschwindigkeit eines Plasmas soll hier die Geschwindigkeit des Sonnenwindes mit 400 bis 900 km/s genannt werden.

2.3.5 Optische Tiefe des Plasmas

Absorbierendes Material entlang der Sichtlinie zum Beobachter führt zu einer Reduktion des Photonennflusses. Die Intensität des Photonennflusses fällt mit $F = F_0 e^{-\tau}$ ab, wobei F_0 der ursprüngliche Photonennfluss ist und τ die optische Tiefe des Plasmas. Die optische Tiefe des Plasmas $\tau = n_i \sigma d$ ist durch die Ionendichte n_i , den Wirkungsquerschnitt σ und die durchquerte Distanz d im Plasma gegeben. Es treten Absorptionsbanden und diskrete Absorptionslinien im Spektrum auf. Die Verbreiterung der Absorptionslinien ist für thermische Verbreiterung durch $\Delta E/E_0 = \sqrt{2k_B T/m_e c^2}$ und für turbulente Verbreiterung durch $\Delta E/E_0 = v_{\text{turb}}/c$ gegeben. Absorptionsspektroskopie ist ein sehr nützliches Hilfsmittel zur Charakterisierung von astrophysikalischen Plasmen.

3. Hochauflösende Röntgenspektroskopie

Im nun folgenden Kapitel soll ein Überblick über die physikalischen und technischen Möglichkeiten gegeben werden, mit denen man Röntgenspektroskopie mit einem hohen Auflösungsvermögen betreiben kann. Dazu zählen zum einen wellenlängenabhängige Spektrometer, wie sie zum Beispiel bei den Röntgensatelliten Chandra und XMM-Newton verwendet werden. Hierbei wird der Wellencharakter des Lichtes ausgenutzt. Die Messung der Wellenlänge wird durch die Wechselwirkung der Lichtwelle an diskreten, periodischen Strukturen, wie Kristallen oder Beugungsgittern, durchgeführt. Dabei ist man auf Grund der diskreten Strukturen auf einen kleinen Bereich im Energiespektrum und auf punktförmige Röntgenquellen beschränkt.

Eine andere Möglichkeit zur hochauflösenden Röntgenspektroskopie bieten Tieftemperaturdetektoren. Diese machen sich den Teilchencharakter des Lichts zu Nutze und man kann mit ihnen einzelne Photonen detektieren. Zu den Tieftemperaturdetektoren gehören so genannte Halbleiter-Thermistoren, die supraleitenden Phasenübergangsthermometer (TES¹), die supraleitenden Tunneldioden (STJ²) und die im Rahmen der vorliegenden Arbeit entwickelten metallischen magnetischen Kalorimeter. Der Vorteil dieser Detektoren liegt in einem hohen Auflösungsvermögen über einen großen Spektralbereich, wie er bei wellenlängenabhängigen Spektrometern nicht erreicht werden kann. Auch ist durch den Einsatz eines ganzen Arrays von Detektoren eine Abbildung von ausgedehnten Röntgenquellen möglich.

3.1 Wellenlängenabhängige Spektrometer

Bei einem wellenlängenabhängigen Spektrometer wird der Wellencharakter des Lichtes zur Messung der Wellenlänge ausgenutzt. Röntgenlicht lässt sich aber nicht, wie z.B. sichtbares Licht, mit einem Prisma aus Glas in einzelne spektrale Linien zerlegen. Mit Hilfe eines Kristalls, der eine geordnete, periodische Struktur besitzt, kann Röntgenstrahlung gebeugt werden. Dieses wurde erstmals von William Henry Bragg [Bra1913] beobachtet. Bei der Untersuchung von Kristallen mit Röntgenstrahlung stellte er fest, dass die Kristalle eine geordnete Struktur besitzen und dass es eine Beziehung zwischen dem Netzebenenabstand d , dem Beugungswinkel θ und der Wellenlänge λ gibt. Diesen Zusammenhang bezeichnet man auch als Bragg-Bedingung

$$n \lambda = 2 d \sin \theta . \tag{3.1}$$

Der Parameter n ist eine ganze Zahl und gibt die Ordnung der Beugung an. Neben einem Kristall lassen sich auch Beugungsgitter verwenden. Die einfallende Röntgen-

¹Abkürzung für Transition-Edge-Sensor.

²Abkürzung für Super-conducting-Tunneling-Junction.

strahlung wird durch die Gitterstruktur gemäß der Bragg-Gleichung in Abhängigkeit von ihrer Wellenlänge λ in unterschiedliche Winkel gebeugt. Je größer die Wellenlänge ist, um so stärker ist die Beugung. Das Auflösungsvermögen des Spektrometers steigt dabei mit der Wellenlänge an. Für ein wellenlängenabhängiges Spektrometer ist es wichtig, dass die einfallende Röntgenstrahlung möglichst gut kollimiert und parallel auf die Gitterstruktur trifft, da es sonst zu einer Verbreiterung von einzelnen Linien und damit zu einer rapiden Verschlechterung des Auflösungsvermögens kommt. Deshalb sind wellenlängenabhängige Spektrometer mit einem hohen Auflösungsvermögen nur für punktförmige Röntgenquellen und für den Bereich von weicher Röntgenstrahlung besonders gut geeignet.

3.1.1 Chandra Röntgenteleskop

Eines der sich zur Zeit in einer Umlaufbahn um die Erde befindenden wellenlängenabhängigen Spektrometer ist das Chandra Röntgenteleskop. Das Teleskop ist nach dem indischen Astrophysiker S. Chandrasekhar benannt, der 1983 den Nobelpreis für seine theoretischen Untersuchungen von physikalischen Prozessen über die Struktur und die Evolution von Sternen erhielt.



Abbildung 3.1: Aufbau des Chandra Röntgenteleskops [Chandra].

Um die Röntgenstrahlung möglichst effektiv auf die an Bord befindlichen abbildenden Kameras und Spektrometer führen zu können, ist Chandra mit einem so genannten Wolter-Teleskop ausgestattet. Dabei handelt es sich um eine vierfach verschachtelte Anordnung von parabolischen und hyperbolischen Spiegeln. Die Röntgenstrahlung kann unter einem flachen Einfallswinkel an der metallischen Oberfläche der Spiegel reflektiert werden. Dazu müssen die Spiegel eine besonders glatte Oberfläche besitzen. Die Rauigkeit darf nur wenige Nanometer betragen. In [Abbildung 3.2](#) ist eine schematische Darstellung eines Wolter-Teleskops gezeigt [Wol52]. Die Verwendung eines Wolter-Teleskops zur Fokussierung der Röntgenstrahlung ist auch bei der Nutzung von Tieftemperaturdetektoren möglich.

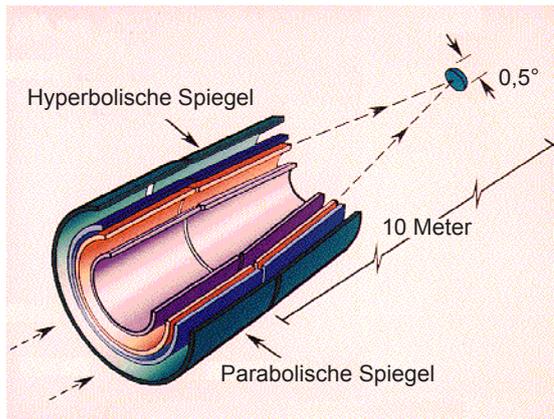


Abbildung 3.2: Schematische Darstellung eines Wolter-Teleskops mit vierfach verschachtelten parabolischen und hyperbolischen Spiegeln [Wol52].

Das Chandra Röntgenteleskop ist mit einer hochauflösenden Kamera HRC³ und einem Spektrometer ACIS⁴ ausgestattet (siehe auch [Chandra]). Das HRC ermöglicht die Abbildung von räumlich ausgedehnten Objekten im Röntgenbereich mit einer maximalen Auflösung von etwa 0,5 Bogensekunden. Zusätzlich können in den Strahlengang des Röntgenteleskops zwei Transmissionsgitter hinter dem Wolter-Teleskop eingeschwenkt werden. Das so genannte HETGS⁵ ist für den Energiebereich von 0,4 keV bis 10 keV ausgelegt, das LETGS⁶ für den Energiebereich von 80 eV bis 2 keV. Die einfallende Röntgenstrahlung wird durch die Gitterstruktur in Abhängigkeit von ihrer Wellenlänge in unterschiedliche Winkel gebeugt und dann auf dem HRC oder dem Spektrometer abgebildet. Die Energieauflösung beträgt etwa $\Delta E_{\text{FWHM}} \sim 100$ eV für die hohen Energien bei 10 keV und $\Delta E_{\text{FWHM}} \sim 0,02$ eV für die niedrigen Energien bei 80 eV. Hierbei ist jedoch anzumerken, dass diese Werte nur für punktförmige Röntgenquellen gelten, bei räumlich ausgedehnten Objekten kommt es zu einer Verschlechterung der Energieauflösung. Grund hierfür ist das nun nicht mehr exakt parallel einfallende Licht, was zu einer Verbreiterung der einzelnen diskreten Linien führt.

In Abbildung 3.3(a) ist die ringförmige Trägerstruktur des LETGS von Chandra gezeigt. Sie besteht aus vier Ringen, die sich im Strahlengang hinter dem Wolter-Teleskop befinden. Die Ringe sind mit 540 Transmissionsgitterfacetten (3.3(b)) besetzt, die sehr präzise justiert worden sind. Die Gitter bestehen aus Gold und haben eine Gitterkonstante von $1 \mu\text{m}$ (3.3(c)). Die LETGS wurden vom SRON⁷ in Utrecht und am Max-Planck-Institut für extraterrestrische Physik (MPE) in Garching gefertigt [MPE].

Das Röntgenteleskop Chandra bietet den Astronomen und Astrophysikern ein gutes Instrument für die Erforschung von extra-solaren Röntgenquellen. Eine Vielzahl von fantastischen Aufnahmen, wie z.B. die Aufnahme vom Zentrum des Krebsnebels

³Abkürzung für High Resolution Camera.

⁴Abkürzung für Advanced CCD Imaging Spectrometer.

⁵Abkürzung für High-Energy Transmission Grating Spectrometer.

⁶Abkürzung für Low-Energy Transmission Grating Spectrometer.

⁷Abkürzung für Space Research Organization Netherlands.

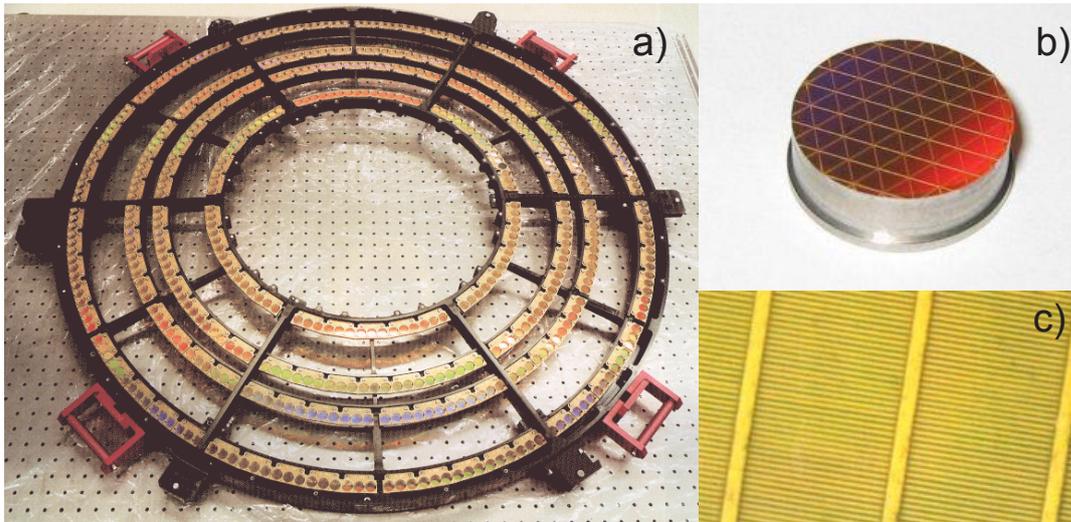


Abbildung 3.3: (a) Ringförmige Trägerstruktur des LETGS von Chandra. (b) Einzelne Transmissionsgitterfacette des LETGS. (c) Mikroskopische Aufnahme des Gitters mit einer Gitterkonstanten von $1\ \mu\text{m}$. Bei den größeren Strukturen handelt es sich um ein Stützgitter (Bilder: [SRON],[MPE]).

(siehe Abbildung 2.4), lassen die Möglichkeiten der abbildenden Röntgenastronomie erkennen. Für die hochauflösende Röntgenspektroskopie von ausgedehnten Objekten ist die wellenlängenabhängige Spektrometrie aber nur bedingt geeignet. Im nun folgenden Abschnitt sollen neue Konzepte vorgestellt werden, die es ermöglichen, hochauflösende Röntgenspektroskopie mit gleichzeitig abbildenden Detektoren zu verbinden.

3.2 Tieftemperaturdetektoren

Bei einem Tieftemperaturdetektor handelt es sich um ein Messinstrument, das sich den Teilchencharakter des Lichts zu Nutze macht und mit dessen Hilfe man einzelne Photonen detektieren kann. Ein Wärmeeintrag in den Detektor, z.B. durch die Absorption eines einzelnen Röntgenquants, kann durch ein geeignetes Thermometer gemessen werden. Befindet sich der Detektor bei tiefen Temperaturen ($T < 1\ \text{K}$), so ist die Wärmekapazität des Detektors sehr klein. Der Wärmeeintrag in den Detektor führt deshalb zu einer großen Temperaturänderung im Thermometer. Die Temperaturerhöhung ist in erster Näherung proportional zu dem ursprünglichen Energieeintrag.

Im Gegensatz zu den wellenlängenabhängigen Spektrometern können Photonen gleichzeitig in einem größeren Energiebereich mit der Detektoranordnung gemessen werden. Es ist deshalb möglich, neben der spektralen Analyse auch eine gleichzeitige Abbildung der beobachteten Röntgenquelle mit Hilfe eines Arrays von Detektoren zu realisieren. Auch ist man nicht wie bei den wellenlängenabhängigen Spektrometern

auf Punktquellen limitiert, sondern kann auch ausgedehnte Objekte untersuchen. Der zugängliche Energiebereich bei einem Tieftemperaturdetektor ist viel breiter als bei einem wellenlängenabhängigen Spektrometer, das durch die Wahl des Beugungsgitters auf einen recht begrenzten Energiebereich beschränkt ist. Die Energieauflösung bei einem wellenlängenabhängigen Spektrometer ist energieabhängig und wird für große Energien schlechter. Ein Tieftemperaturdetektor dagegen kann so aufgebaut werden, dass die Energieauflösung über den gesamten Energiebereich nahezu energieunabhängig ist.

Es gibt derzeit im Wesentlichen vier Konzepte für die Realisierung eines Tieftemperaturdetektors. Dazu gehören die Halbleiter-Thermistoren, die supraleitenden Phasenübergangsthermometer (TES), die supraleitenden Tunneldioden (STJ) und die metallischen magnetischen Kalorimetern, welche Thema dieser Arbeit sind. Bei Halbleiter-Thermistoren wird die starke Temperaturabhängigkeit des Widerstandes bei tiefen Temperaturen zur Messung der Temperatur genutzt. Ein supraleitendes Phasenübergangsthermometer verwendet den Übergang von der normalleitenden in die supraleitende Phase zur Messung von Temperaturänderungen. Bei einem STJ werden bei einem Energieeintrag in einen Supraleiter Cooper-Paare aufgebrochen und so genannte Quasiteilchen erzeugt. Die Anzahl dieser Quasiteilchen ist ein Maß für die Größe des Energieeintrags.

Im Folgenden soll nun eine kurze Übersicht über das Konzept der Halbleiter-Thermistoren und der supraleitenden Phasenübergangsthermometer gegeben werden. Anschließend wird im Kapitel 4 auf das Konzept der metallischen magnetischen Kalorimeter im Detail eingegangen und die experimentellen Ergebnisse der Entwicklung von metallischen magnetischen Kalorimetern in Kapitel 7 gezeigt.

3.2.1 Halbleiter-Thermistoren

Bei einem Thermistor handelt es sich um einen Widerstand, dessen spezifischer Widerstandswert sich mit der Temperatur ändert. Für Temperaturen im Bereich von einigen Millikelvin lassen sich Thermistoren aus Halbleitern durch eine sehr hohe Dotierung herstellen. Als Ausgangsmaterial verwendet man Silizium oder Germanium, zum Dotieren wird Phosphor benutzt für die Herstellung von p-Halbleitern bzw. Bor oder Gallium für die Herstellung von n-Halbleitern.

Der typische Verlauf der Kennlinie eines Halbleiter-Thermistors ist in Abbildung 3.4 dargestellt. Der Widerstand R des Halbleiter-Thermistors ist gegen die Temperatur T aufgetragen. Zu tiefen Temperaturen hin steigt der Widerstandswert steil an. Ursache ist der Leitungsmechanismus im Störstellenband des Halbleiters. Der Ladungstransport kann bei tiefen Temperaturen nur noch durch quantenmechanisches Tunneln auf weiter entfernte, aber energetisch ähnliche Zustände erfolgen, da die Energiedifferenz zwischen räumlich benachbarten Zuständen viel größer ist als die zur Verfügung stehende thermische Energie. Den Vorgang bezeichnet man auch mit dem englischen Begriff *variable-range-hopping*. Bei sehr tiefen Temperaturen werden

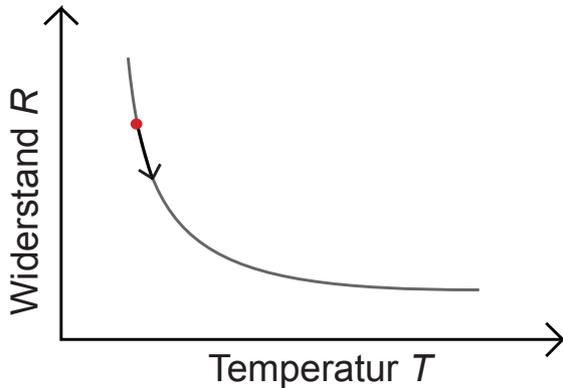


Abbildung 3.4: Skizzierter Verlauf der Kennlinie eines Halbleiter-Thermistors. Der Widerstand R des Halbleiter-Thermistors ist gegen die Temperatur T aufgetragen.

die zu überwindenden Distanzen immer größer, was in einem steilen Ansteigen des Widerstands resultiert.

Zwischen dem Widerstand und der Temperatur wurde ein Zusammenhang gefunden und unter anderem von B.I. Shklovskii und A.L. Efros [Sh184] ausführlich theoretisch beschrieben. Man erhält den Ausdruck

$$R(T) = R_0 \exp\left(\frac{T_0}{T}\right)^{1/2}, \quad (3.2)$$

wobei R_0 von der Geometrie und T_0 von den Dotierungsparametern abhängig sind.

Im Bereich tiefer Temperaturen kann das starke Ansteigen des Widerstandswertes dazu benutzt werden, um einen Temperaturanstieg mit hoher Präzision zu messen. Der Halbleiter-Thermistor soll sich zunächst auf einer Temperatur befinden, die durch den (roten) Punkt in Abbildung 3.4 markiert ist. Kommt es zu einem Energieeintrag δE , z.B. durch die Absorption eines Röntgenquants, so wird sich die Temperatur des Halbleiter-Thermistors erhöhen. Mit der Temperaturänderung δT ist auch eine Änderung des Widerstands δR verbunden, die proportional zum ursprünglichen Energieeintrag ist. Für kleine Temperaturänderungen gilt in erster Näherung $\delta R \propto \delta T \propto \delta E$. Durch die genaue Messung der Widerstandsänderung lässt sich so der Energieeintrag und damit z.B. die Energie des absorbierten Röntgenquants ermitteln. Ist der Halbleiter-Thermistor über eine schwache thermische Kopplung mit einem Wärmebad verbunden, so kehrt die Temperatur nach dem Energieeintrag wieder auf ihren ursprünglichen Wert zurück.

Ein Problem von Halbleiter-Thermistoren ist die Reproduzierbarkeit der Bauteile. Die absoluten Widerstandswerte von verschiedenen Thermistoren können unter Umständen stark von einander abweichen. Eine gute Reproduzierbarkeit ist aber vor allem beim Einsatz von einem ganzen Array von Detektoren wichtig, da die einzelnen Detektoren sonst unterschiedliche Eigenschaften und unterschiedliche Energieauflösungen besitzen können. Eine Möglichkeit, eine ausreichend homogene Dotierung

zu erreichen, ist die Bestrahlung mit thermischen Neutronen, die aus einem Reaktor stammen. Dazu werden meist große Blöcke des gewünschten Ausgangsmaterials über einen längeren Zeitraum in der Nähe eines Reaktorkerns positioniert. Der Neutronenfluss ist über das gesamte Material nahezu gleich groß. Es kommt mit einer geringen Wahrscheinlichkeit zu einem Neutroneneinfang und somit zur Umwandlung des Atomkerns in ein benachbartes Isotop. Ein Nachteil liegt in der anschließenden mechanischen Bearbeitung der Blöcke. So müssen geeignete Detektoren erst aus den Blöcken gesägt werden und anschließend aufwendig zu einem Detektor oder zu Arrays von Detektoren zusammengefügt werden.

Eine weitere Methode der Dotierung ist die so genannte Ionenimplantation. Dabei wird das Ausgangsmaterial mit hochenergetischen Ionen beschossen. Diese können bis etwa $1\ \mu\text{m}$ in das Material eindringen und führen zu einer Dotierung des Halbleiters mit einem gaußförmigen Profil. Die noch inhomogene Dotierung kann durch anschließendes Aufheizen auf hohe Temperaturen und durch die dadurch beschleunigte Diffusion gleichmäßig im Material verteilt werden. Der Vorteil der Ionenimplantation ist, dass sich die gewünschten Detektorstrukturen durch den Einsatz von lithographischen Methoden relativ einfach und zuverlässig, auch in großen Arrays von Detektoren, herstellen lassen.

Halbleiter-Thermistoren erwecken den Eindruck, als seien sie ein ideales Thermometer, mit dem man Detektoren mit fast unbegrenzter Präzision und einer hohen Energieauflösung herstellen kann. Jedoch sind noch nicht alle Eigenschaften von Halbleiter-Thermistoren bis heute vollständig verstanden und es gibt einige Effekte, die die maximal erreichbare Energieauflösung auf fundamentale Weise beschränken. Zu den Effekten, die zu einer Abweichung von dem Verlauf der Kennlinie gemäß Gleichung (3.2) führen, zählen der Einfluss eines elektrischen Feldes auf das quantenmechanische Tunneln und der so genannte *hot-electron*-Effekt⁸. Sie führen zu einer Reduzierung der Signalgröße, zu thermodynamischen Fluktuationen und zu zusätzlichem Rauschen. Eine ausführliche Betrachtung findet sich in [McC05]. Dort wird auch gezeigt, dass es jedoch möglich ist, über empirisch gefundene Parameter eine Optimierung des Detektors zu erreichen. Mit einem derart optimierten Detektor sollte eine Energieauflösung von bis zu $\Delta E_{\text{FWHM}} = 2\ \text{eV}$ für Röntgenquanten mit einer Energie von $6\ \text{keV}$ erzielbar sein [McC05].

In Abbildung 3.5 ist das Röntgenspektrum der K_{α} -Linie von ^{55}Mn gezeigt, welches mit Hilfe eines Halbleiter-Thermistors gemessen wurde. Die Energieauflösung beträgt $\Delta E_{\text{FWHM}} = 3,2 \pm 0,1\ \text{eV}$ bei einer Energie von $5,9\ \text{keV}$. Der Detektor wird bei einer Temperatur von $T_{\text{D}} = 60\ \text{mK}$ betrieben und besitzt einen quadratischen Absorber ($410 \times 410\ \mu\text{m}^2$) aus HgTe mit einer Dicke von $8\ \mu\text{m}$. Die Dicke entspricht einer Absorptionswahrscheinlichkeit von 95 % für Röntgenquanten mit einer Energie von $7\ \text{keV}$.

Halbleiter-Thermistoren zählen zu den ersten Tieftemperaturdetektoren, deren Konzept für astronomische Beobachtungen umgesetzt worden ist. Zum einen gibt es

⁸Aus dem Englischen für heiße Elektronen.

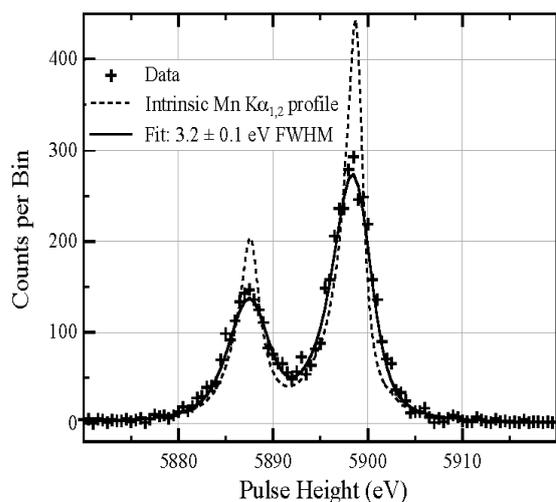


Abbildung 3.5: Röntgenspektrum der K_α -Linie von ^{55}Mn , welches mit Hilfe eines Halbleiter-Thermistors gemessen wurde. Die Energieauflösung beträgt $\Delta E_{\text{FWHM}} = 3,2 \pm 0,1$ eV bei einer Energie von 5,9 keV. Der Detektor besitzt einen $8\ \mu\text{m}$ dicken Absorber aus HgTe und wird bei einer Temperatur von 60 mK betrieben [McC05].

das raketengestützte *X-Ray-Quantum-Calorimeter* (XQC), welches von einer Kol-
laboration zwischen der University of Wisconsin und dem NASA Goddard-Space-
Flight-Center entwickelt wurde. Zum anderen das *X-Ray-Spectrometer* (XRS), wel-
ches der erste Tieftemperaturdetektor an Bord eines Satelliten (Astro-E2) ist und
von den USA und Japan gebaut wurde.

Bei dem XQC handelt es sich um einen Tieftemperaturdetektor, der sich in einem
Kryostaten befindet und mittels einer Rakete⁹ in eine Höhe von bis zu 240 km be-
fördert werden kann. Die Rakete hat eine Gesamtflugzeit von etwa 15 Minuten, für
etwa 5 Minuten befindet sie sich oberhalb von 100 km und damit außerhalb der für
Röntgenstrahlung undurchlässigen Erdatmosphäre.

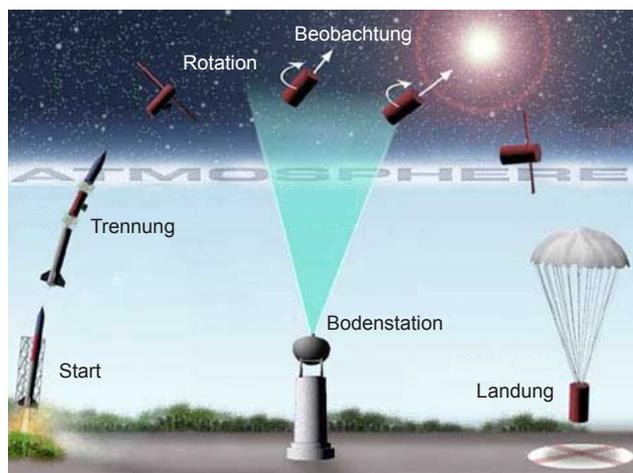


Abbildung 3.6: Skizzierter Ablauf eines Experiments mit dem raketengestützten *X-Ray-Quantum-Calorimeter* (XQC) [WISP].

In Abbildung 3.6 ist auf schematische Weise der Ablauf eines Experiments skiz-
ziert. Nach dem Start und dem Erlöschen der zweiten Stufe wird die Nutzlast, die
im Wesentlichen aus dem Kryostaten besteht, von der Rakete getrennt. Es existiert
eine verschließbare Öffnung am oberen Ende der Nutzlast, hinter der sich der Tief-

⁹Nike-Black Brant, eine zweistufige kanadische Höhenforschungsrakete.

temperaturdetektor befindet. Der eigentliche Detektor befindet sich im Vakuum des Kryostaten und ist durch dünne Metallfolien vor IR, UV und sichtbarem Licht geschützt. Oberhalb der Atmosphäre wird der Detektor auf das zu messende Objekt ausgerichtet und die Nutzlast zur Stabilisierung in Rotation versetzt. Anschließend kehrt die Nutzlast an Fallschirmen zur Erdoberfläche zurück.

Der Tieftemperaturdetektor ist für einen Energiebereich von 0,03 bis 1 keV ausgelegt. Er besitzt eine möglichst große Detektionsfläche, um in der zur Verfügung stehenden kurzen Messzeit trotzdem eine hohe Statistik zu erreichen. Der Detektor hat keine große räumliche Auflösung, sondern betrachtet etwa einen Steradian¹⁰ des Firmaments. Das wissenschaftliche Ziel des Experiments ist die Erforschung des Ursprungs der weichen diffusen Hintergrundstrahlung im Röntgenbereich. Diese soll mit einer hohen spektralen Auflösung vermessen werden.

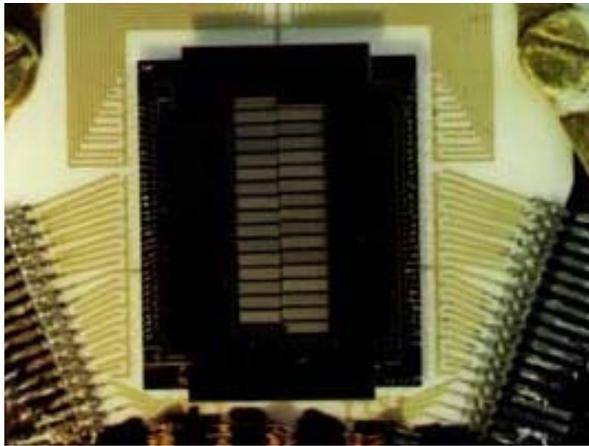


Abbildung 3.7: Photographische Abbildung des *X-Ray-Quantum-Calorimeters* (XQC). Der Detektor besteht aus zwei Spalten mit jeweils 18 Halbleiter-Thermistoren [WISP].

In Abbildung 3.7 ist eine photographische Abbildung des *X-Ray-Quantum-Calorimeters* (XQC) gezeigt. Der Detektor besteht aus zwei Spalten mit jeweils 18 Halbleiter-Thermistoren. Sie besitzen jeweils eine Fläche von 1 mm^2 und bestehen aus ionenimplantiertem Silizium. Der Absorber aus HgTe hat eine Dicke von $0,7 \mu\text{m}$ und wurde nachträglich aufgebracht. Der Detektor befindet sich auf einer Temperatur von 60 mK. Die Energieauflösung beträgt etwa 9 eV für den Energiebereich bis 1 keV.

Das *X-Ray-Spectrometer* (XRS) an Bord des Astro-E2¹¹ Satelliten ist der erste sich permanent im Orbit befindende Tieftemperaturdetektor. Der Satellit wurde im Jahr 2005 von einer japanischen M-V-Rakete in seine Umlaufbahn gebracht. Der Tieftemperaturdetektor ist für eine hohe spektrale Energieauflösung im Röntgenbereich von 0,2 bis 10 keV vorgesehen und besitzt im Energiebereich über 2 keV eine größere spektrale Energieauflösung als das HETGS von Chandra. Die effektive Absorptionsfläche des Detektors ist ebenfalls größer. Der Tieftemperaturdetektor befindet sich in einem mit flüssigem Helium gekühlten Kryostaten. Die Menge an Kühlflüssigkeit ist

¹⁰Das entspricht einem kegelförmigen Öffnungswinkel von etwa 30° .

¹¹Die erste Version Astro-E scheiterte im Jahr 2000 auf Grund einer Fehlfunktion in der japanischen M-V-Rakete. Der Satellit erreichte seine vorgesehene Umlaufbahn nicht und verglühte in der Erdatmosphäre.

für eine drei-jährige Beobachtungszeit ausgelegt¹². Die wissenschaftlichen Fragestellungen reichen über ein breites Forschungsfeld von der Untersuchung der Überreste von Supernovaexplosionen über die Untersuchung von stellaren Atmosphären zu der Beobachtung von aktiven Galaxien und galaktischen Clustern.

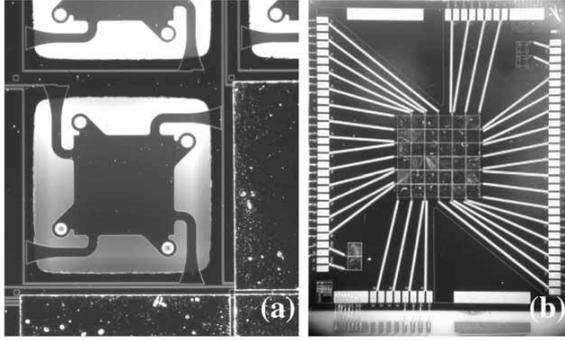


Abbildung 3.8: (a) Mikroskopische Aufnahme von einem einzelnen Detektor des *X-Ray Spectrometers* (XRS).

(b) Mikroskopische Aufnahme des gesamten Siliziumchips bestehend aus einem 6×6 -Detektorarray [McC05].

In Abbildung 3.8(a) ist eine mikroskopische Aufnahme von einem einzelnen Detektor gezeigt. Der Detektor besteht aus einem Halbleiter-Thermistor, der durch Ionenimplantation in Silizium hergestellt worden ist. Der Thermistor ist über vier dünne Stege mit dem undotierten Siliziumchip verbunden und somit thermisch an das Wärmebad angekoppelt. Auf den Thermistor kann ein Absorber aus HgTe angebracht werden. In Abbildung 3.8(b) ist eine mikroskopische Aufnahme des gesamten Siliziumchips gezeigt. Der Detektor besteht aus einem Array mit einer 6×6 Pixelgeometrie. Alle Sensoren sind mit Absorbern aus HgTe verbunden. Ein einzelner Absorber besitzt eine Fläche von $624 \times 624 \mu\text{m}^2$. Der gesamte Detektor hat ein Gesichtsfeld von $2,9 \times 2,9$ arcmin. Für die Energieauflösung des fertigen Arrays, wie es in den Satelliten eingebaut worden ist, wurden für einzelne Detektoren Werte von etwa $\Delta E_{\text{FWHM}} = 6 \text{ eV}$ bei einer Röntgenenergie von 6 keV erzielt. Die Energieauflösung der einzelnen Detektoren variiert jedoch etwas von Pixel zu Pixel.

Tieftemperaturdetektoren wie das *X-Ray Quantum Calorimeter* (XQC) oder das *X-Ray Spectrometers* (XRS) sind nur die ersten Schritte auf dem Weg zur Entwicklung von leistungsfähigen Detektoren für die hochauflösende Röntgenspektroskopie.

3.2.2 Supraleitende Phasenübergangsthermometer

Ein weiteres Konzept für die Realisierung eines Tieftemperaturdetektors ist das der supraleitenden Phasenübergangsthermometer, die auch oft mit der Abkürzung TES für den englischen Ausdruck *Transition-Edge-Sensor* bezeichnet werden. Bei einem supraleitenden Phasenübergangsthermometer ändert sich der Widerstand bei der so genannten Sprungtemperatur T_c vom normalleitenden in den supraleitenden Zustand. Der Übergang erfolgt in einem recht engen Temperaturbereich.

¹²Auf Grund eines thermischen Kurzschusses, entstanden durch verdampftes Helium, das in das Isolationsvakuum gelangt ist, kam es aber schon kurze Zeit nach dem Start zu einem Verlust des gesamten Heliums und damit zum Ausfall des Tieftemperaturdetektors.

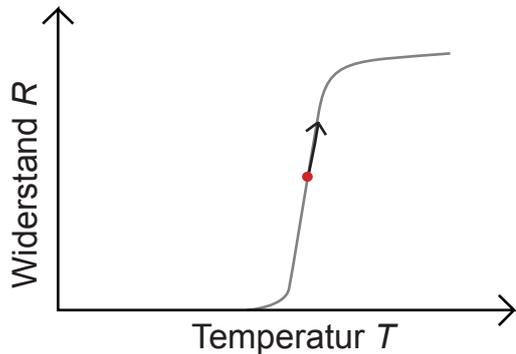


Abbildung 3.9: Skizzierter Verlauf der Kennlinie eines supraleitenden Phasenübergangsthermometers. Der Widerstand R des Supraleiters ist gegen die Temperatur T aufgetragen.

In Abbildung 3.9 ist der typische Verlauf der Kennlinie eines supraleitenden Phasenübergangsthermometers dargestellt. Der Widerstand R des Supraleiters ist gegen die Temperatur T aufgetragen. Bei Temperaturen oberhalb des Phasenübergangs ist der Sensor normalleitend und besitzt einen endlichen Wert. Erniedrigt man die Temperatur des Widerstandes weiter, so kommt es zu einem raschen Abfallen des Widerstandswertes bis zu seinem völligen Verschwinden.

Im Bereich des Phasenübergangs kann der starke Abfall des Widerstandswertes dazu benutzt werden, einen Temperaturanstieg mit hoher Präzision zu messen. Das supraleitende Phasenübergangsthermometer soll sich zunächst auf einer Temperatur im Bereich des Phasenübergangs befinden, die durch den (roten) Punkt in Abbildung 3.9 markiert ist. Kommt es zu einem Energieeintrag, z.B. durch die Absorption eines Röntgenquants, so wird sich die Temperatur des supraleitenden Phasenübergangsthermometers erhöhen. Mit der Temperaturänderung ist auch eine Änderung des Widerstands verbunden, die proportional zum ursprünglichen Energieeintrag ist. Durch die genaue Messung der Widerstandsänderung lässt sich so der Energieeintrag und damit z.B. die Energie des absorbierten Röntgenquants ermitteln. Das supraleitende Phasenübergangsthermometer ist über eine thermische Kopplung mit einem Wärmebad verbunden, so dass die Temperatur nach dem Energieeintrag wieder auf ihren ursprünglichen Wert zurückkehrt.

Supraleiter besitzen eine feste Sprungtemperatur T_c , die für die meisten Metalle zwischen 1 K und 10 K liegt. Ein häufig verwendetes Metall ist z.B. Niob, das eine Sprungtemperatur von 9,2 K [Ens05] besitzt. Für den Betrieb eines Tieftemperaturdetektors ist der Temperaturbereich von unter 100 mK von großem Vorteil, da dort die Wärmekapazitäten klein und damit die Temperaturerhöhungen bei einem Wärmeeintrag in den Detektor besonders groß sind. Um supraleitende Materialien mit einer geeigneten Sprungtemperatur auch für diesen Temperaturbereich zu finden, kann man den so genannten *Proximity-Effekt*¹³ ausnutzen [Gen64]. Wird auf eine dünne Schicht, bestehend aus einem normalleitenden Material, eine weitere Schicht aus supraleitendem Material aufgebracht, so kommt es zu einer Absenkung

¹³Aus dem Englischen für Nähe.

der Sprungtemperatur des Supraleiters.

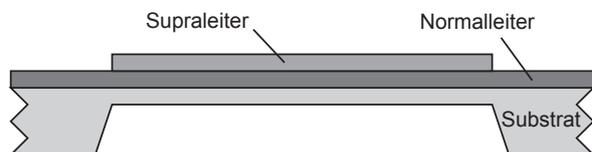


Abbildung 3.10: Schematisches Schnittbild eines supraleitenden Phasenübergangsthermometers.

In Abbildung 3.10 ist ein schematisches Schnittbild eines supraleitenden Phasenübergangsthermometers dargestellt. Auf einem Substrat befindet sich eine dünne normalleitende und eine dünne supraleitende Schicht. Durch eine geschickte Wahl der Materialien und der Schichtdicken lassen sich Supraleiter mit der gewünschten Sprungtemperatur und mit sehr schmalen Phasenübergängen herstellen. Als mögliche Materialien lassen sich z.B. Iridium-Gold-Schichten (Ir/Au) bzw. Aluminium-Titan-Gold-Schichten (Al/Ti/Au) verwenden.

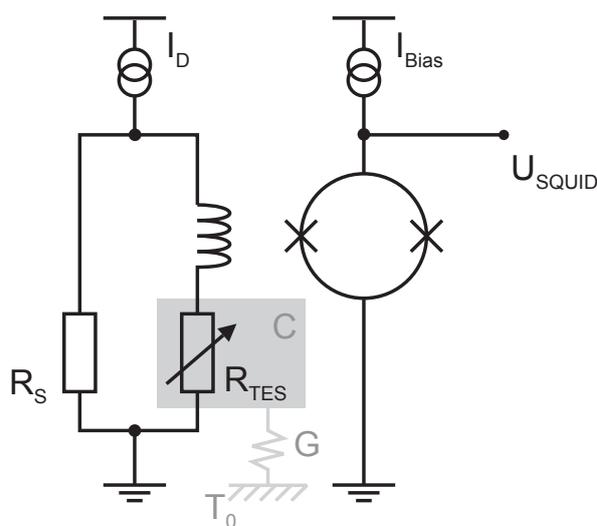


Abbildung 3.11: Schematische Darstellung der elektrischen Verschaltung eines supraleitenden Phasenübergangsthermometers. Zum Auslesen der Widerstandsänderung bei einem Energieeintrag in den Detektor wird ein SQUID-Magnetometer verwendet.

Der Widerstandswert eines supraleitenden Phasenübergangsthermometers lässt sich mit Hilfe eines rauscharmen SQUID-Magnetometers¹⁴ messen. Die genaue Funktionsweise eines SQUID wird im noch folgenden Kapitel 6 erklärt. Ein SQUID ist ein sehr empfindlicher Fluss-Spannungs-Wandler. Über eine Einkoppelspule lassen sich sehr kleine Stromänderungen messen. In Abbildung 3.11 ist eine schematische Darstellung der elektrischen Verschaltung eines supraleitenden Phasenübergangsthermometers gezeigt. Der Widerstand R_{TES} des supraleitenden Phasenübergangsthermometers ist parallel mit einem so genannten Shunt-Widerstand¹⁵ R_S verbunden, dabei gilt der

¹⁴Abkürzung für Superconducting Quantum Interference Device.

¹⁵Aus dem Englischen für Nebenanschluss.

Zusammenhang $R_{\text{TES}} \gg R_{\text{S}}$. Durch die parallel geschalteten Widerstände fließt der konstante Strom I_{D} . Das SQUID wird ebenfalls von einem konstanten Strom I_{Bias} durchflossen.

Kommt es zu einem Energieeintrag im supraleitenden Phasenübergangsthermometer, z.B. durch die Absorption eines Röntgenquants, so steigt die Temperatur im Detektor zunächst an. Mit der Temperaturänderung ist eine Widerstandsänderung verbunden, die zu einer Zunahme des Widerstandswertes R_{TES} und damit zu einer Reduzierung des Stromflusses durch den Widerstand führt. Die Änderung des Stromflusses durch den Zweig mit dem Widerstand R_{TES} des supraleitenden Phasenübergangsthermometers kann mit Hilfe der Einkoppelspule des SQUIDs sehr empfindlich gemessen werden. Auf Grund der thermischen Kopplung des Detektors an das Wärmebad T_0 des Kryostaten kehrt die Temperatur nach dem Energieeintrag wieder auf ihren ursprünglichen Wert zurück.

Ein Problem bei der Realisierung eines supraleitenden Phasenübergangsthermometers ist die Stabilisierung auf eine konstante Arbeitstemperatur im relativ schmalen Phasenübergang. So kommt es z.B. durch Temperaturfluktuationen im Wärmebad zu einer Verschiebung der Arbeitstemperatur im Detektor und damit zu zusätzlichen störenden Einflüssen auf das Auflösungsvermögen des Detektors. Auch ist es im Allgemeinen schwer, bei einem ganzen Array von Detektoren alle gleichzeitig auf ihre optimale Arbeitstemperatur zu stabilisieren. Außerdem kann es bei großen Energieeinträgen passieren, dass der Bereich des Phasenübergangs verlassen wird und eine Sättigung des Detektorsignals eintritt.

All diese Probleme werden durch die elektrothermische Rückkopplung¹⁶ im Sensor, die sich bei der in Abbildung 3.11 gezeigten Schaltung für $R_{\text{TES}} \gg R_{\text{S}}$ ergibt, stark reduziert. Eine Beschreibung der elektrothermischen Rückkopplung findet man bei K. Irwin [Irw95]. Das supraleitende Phasenübergangsthermometer besitzt einen endlichen Widerstand innerhalb des Phasenübergangs. Da der Widerstand von einem Strom durchflossen wird, kommt es zu einer Heizleistung $P = U^2/R_{\text{TES}}$, die die Temperatur des Sensors gegenüber der Temperatur des Wärmebads T_0 erhöht. Für den Fall, dass $R_{\text{TES}} \gg R_{\text{S}}$ ist, ist der Spannungsabfall über dem Widerstand R_{TES} und der Einkoppelspule in erster Näherung konstant. Für die Spannung gilt $U = IR_{\text{S}}R_{\text{TES}}/(R_{\text{S}} + R_{\text{TES}})$, wobei I der Strom ist, der durch den Widerstand R_{TES} fließt. Daraus ergibt sich für die Leistung $P \simeq I^2R_{\text{S}}^2/R_{\text{TES}}$.

Bei einem Wärmeeintrag in das supraleitende Phasenübergangsthermometer, z.B. bei der Absorption eines Röntgenquants, steigt der Widerstand R_{TES} zunächst an. Dies führt zum einen dazu, dass der Stromfluss durch den Widerstand verringert wird und seine Änderung mit dem SQUID gemessen werden kann. Zum anderen sinkt auch die dissipierte Leistung P im Widerstand R_{TES} . Eine starke elektrothermische Rückkopplung hat den Vorteil, dass die Energie des absorbierten Röntgenquants nicht allein durch die thermische Ankopplung G abgeführt wird, sondern der Großteil durch die Reduktion der Heizleistung P aus dem Sensor entfernt wird. Das

¹⁶Oft auch mit dem englischen Begriff *electrothermal-feedback* bezeichnet.

Integral über die Heizleistungsänderung $\int \Delta P(t) = \int U \Delta I(t) dt$ kann daher in guter Näherung als der Wert des Energieeintrags durch das absorbierte Röntgenquant angesehen werden.

Die Zeitkonstante, mit der die Sensortemperatur nach einem Energieeintrag wieder zur Ausgangstemperatur T_0 relaxiert, wird durch die elektrothermische Rückkopplung sehr viel kürzer als die rein thermische Zeitkonstante $\tau_0 = C/G$ und ist durch den Ausdruck

$$\tau_{\text{eff}} = \frac{\tau_0}{1 + \alpha/n} \quad (3.3)$$

gegeben. Dabei ist $\alpha = (dR/R)/(dT/T)$ ein Maß für die Steilheit der Kennlinie am Arbeitspunkt. Für ein supraleitendes Phasenübergangsthermometer besitzt α einen Wert von etwa 30 bis 300. Der Parameter $(n - 1)$ ist der Exponent der Temperaturabhängigkeit des Wärmeleitwertes $G(T) = G_0 T^{(n-1)}$ zwischen dem Sensor und dem Wärmebad. Der Parameter $(n - 1)$ besitzt Werte zwischen 3 (Kapiza-Widerstand) und 5 (Elektron-Phonon-Kopplung). Es ergeben sich für die Abfallzeit des Detektors mit einer elektrothermischen Rückkopplung für τ_{eff} Werte, die etwa 10 bis 100 mal kürzer als τ_0 sind. Dadurch lassen sich höhere Zählraten des Detektors erreichen.

Die elektrothermische Rückkopplung ermöglicht den Betrieb eines ganzen Arrays von Detektoren. Voraussetzung ist lediglich, dass die Temperatur des Wärmebads niedriger ist als die jeweilige Arbeitstemperatur von allen Detektoren. Durch den Strom I_D kann jeder einzelne Detektor auf seine optimale Arbeitstemperatur eingestellt werden.

Die Eigenschaften eines supraleitenden Phasenübergangsthermometers und damit die erreichbare Energieauflösung sind durch fundamentale Effekte beschränkt. Zu den grundsätzlich auftretenden Beiträgen zum Rauschen zählen thermodynamische Fluktuationen der Energie zwischen dem Detektor und dem Wärmebad, das Johnson-Rauschen in den Widerständen und Flussrauschen im SQUID-Magnetometer. Vor allem stellt das Johnson-Rauschen eine nicht zu vernachlässigende Größe dar und führt zu einer fundamentalen Limitierung der Energieauflösung eines supraleitenden Phasenübergangskalorimeters, die ihre Ursache in der Begrenzung der effektiv nutzbaren Bandbreite des Detektorsignals hat.

Betreibt man das supraleitende Phasenübergangsthermometer jedoch mit einer starken elektrothermischen Rückkopplung, so lässt sich das Johnson-Rauschen für niedrige Frequenzen stark unterdrücken. Damit wird die nutzbare Bandbreite des Detektorsignals erweitert und man erhält als Ausdruck für die Energieauflösung (siehe [Irw95])

$$\Delta E_{\text{FWHM}} \simeq 2,36 \sqrt{4 k_B C T^2} \sqrt{\frac{\sqrt{n/2}}{\alpha}}. \quad (3.4)$$

Der Faktor $\sqrt{4k_B C T^2}$ gibt dabei die Standardabweichung des Energieinhalts eines kanonischen Ensembles mit der Wärmekapazität C an. Mit zunehmenden α wird die Energieauflösung besser.

Die grundlegenden Beiträge zum Rauschen sind weitestgehend verstanden und können bei der Optimierung des Detektors berücksichtigt werden. In einem supraleitenden Phasenübergangsthermometer treten jedoch noch weitere zusätzliche Rauschbeiträge auf, deren Ursache und Ursprung noch nicht vollständig verstanden sind (siehe auch [Irw05]). Zu den Effekten zählen internes thermisches Rauschen, das vor allem bei supraleitenden Phasenübergangsthermometern mit großem Widerstand R_{TES} und der damit schlechteren Wärmeleitfähigkeit innerhalb des Detektormaterials auftritt. Für kleine Widerstandswerte tritt dagegen ein frequenzabhängiges elektrisches Rauschen auf, das geometrie- und magnetfeldabhängig ist. Ebenfalls gibt es ein zusätzliches niederfrequentes Rauschen mit einer $1/f$ -Abhängigkeit und ein Telegraphen-Rauschen, das mit der zeitlichen Antwort des Detektors verbunden ist und mit Hilfe eines äußeren Magnetfeldes unterdrückt werden kann. Für diese Effekte gibt es zur Zeit noch keine vollständigen Erklärungen, sie haben aber einen limitierenden Effekt auf die erreichbare Energieauflösung.

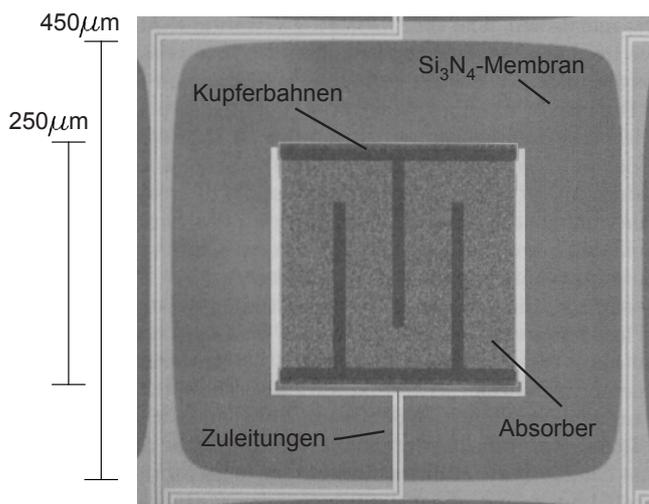


Abbildung 3.12: Mikroskopische Abbildung eines supraleitenden Phasenübergangsthermometers (TES). Der Sensor besteht aus einer zweilagigen Schicht aus Molybdän und Kupfer. Der Absorber aus Bismut besitzt eine Dicke von $1,5 \mu\text{m}$ [Irw05].

In Abbildung 3.12 ist die mikroskopische Abbildung eines supraleitenden Phasenübergangsthermometers gezeigt. Der Sensor besteht aus einer zweilagigen Schicht aus Molybdän und Kupfer (Mo/Cu). Er wurde auf einem Siliziumsubstrat mit einer thermischen Isolationsschicht aus Si_3N_4 aufgesputtert. Das Substrat wurde auf der Rückseite des Detektors bis auf eine nur 350 nm dicke Membran durch reaktives Ionenätzen auf einer Fläche von $450 \times 450 \mu\text{m}^2$ entfernt. Damit ist die Wärmeleitung vom Detektor zum Substrat stark verkleinert. Der Sensor besitzt eine Fläche von $250 \times 250 \mu\text{m}^2$ und steht in gutem thermischen Kontakt mit einem Absorber aus Bismut, der eine Dicke von $1,5 \mu\text{m}$ und die gleiche Fläche wie der Sensor besitzt. Der Strom fließt auf der Abbildung in horizontaler Richtung. Auf der zweilagigen Schicht des supraleitenden Phasenübergangsthermometers sind an den horizontalen

Kanten und senkrecht zur Stromrichtung zusätzliche Bahnen aus normalleitendem Kupfer angebracht. Diese dienen dazu, das unverstandene zusätzliche Rauschen zu reduzieren.

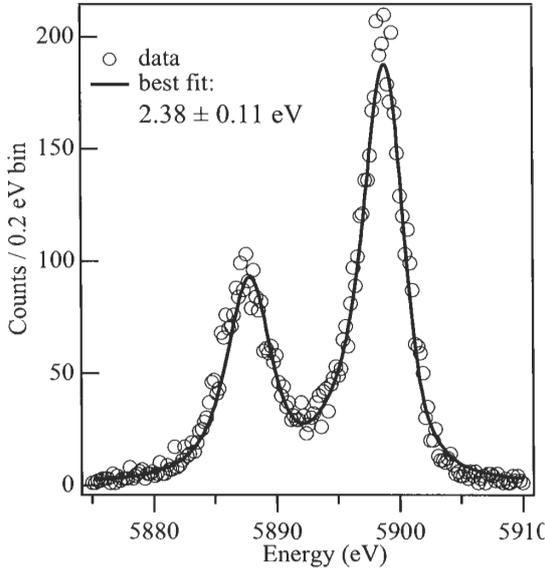


Abbildung 3.13: Röntgenspektrum der K_{α} -Linie von ^{55}Mn , welches mit Hilfe eines supraleitenden Phasenübergangsthermometers (TES) gemessen wurde. Die Energieauflösung beträgt $\Delta E_{\text{FWHM}} = 2,38 \pm 0,11\text{eV}$ bei einer Energie von 5,9 keV (aus [Irw05]).

In Abbildung 3.13 ist das Röntgenspektrum der K_{α} -Linie von ^{55}Mn dargestellt, welches mit Hilfe des in Abbildung 3.12 gezeigten supraleitenden Phasenübergangsthermometers (TES) gemessen wurde. Die Energieauflösung beträgt $\Delta E_{\text{FWHM}} = 2,38 \pm 0,11\text{eV}$ bei einer Energie von 5,9 keV. Die aufgezeichneten Pulse haben eine Abklingzeit von $\tau_{\text{eff}} = 230 \mu\text{s}$. Bei dem in Abbildung 3.13 gezeigten Röntgenspektrum handelt es sich um die zur Zeit beste Energieauflösung, welche mit einem Tieftemperaturdetektor bei dieser Energie erreicht wurde.

Für die Realisierung eines hochauflösenden Spektrometers bestehend aus einem ganzen Array von Detektoren werden für jeden einzelnen Detektor mehrere Zuleitungen sowohl für das SQUID als auch für den eigentlichen TES-Sensor benötigt. Die Zahl der Zuleitungen bei Arrays von Tausenden von Detektoren führt zu einer großen Komplexität des Systems, zu einer nicht zu vernachlässigenden Leistungsdissipation auf der Detektoroberfläche und zu einer großen Wärmelast durch die Kabel. Durch das so genannte Multiplexen von mehreren TES-Sensoren kann die Komplexität des Systems stark verringert werden. Es existieren drei verschiedene Varianten von Multiplexen, das so genannte *Time-Domain Multiplexing* (TDM), das *Frequency-Domain Multiplexing* (FDM) und das *Microwave SQUID Multiplexing*.

Bei dem *Time-Domain-Multiplexing* werden die einzelnen TES-Sensoren zeitlich nacheinander ausgelesen. Bei Infrarot-Bolometern mit deren sich relativ langsam ändernden Signalen wurde dieses Konzept bereits erfolgreich eingesetzt. Es wurde unter anderem am NIST¹⁷ entwickelt und z.B. beim IR-Detektor SCUBA-2 mit 10 240

¹⁷National Institute of Standards and Technology, Boulder, Colorado, USA.

Pixeln angewendet [Hol03]. Hier werden jeweils 40 Sensoren mit einem SQUID ausgelesen. Dazu wird zwischen den einzelnen Sensoren mit einer Frequenz von 20 kHz umgeschaltet.

Beim *Frequency-Domain-Multiplexing* wird auf das Detektorsignal (Bandbreite etwa 5 kHz) jedes Detektors eine unterschiedliche Trägerfrequenz von etwa 100 kHz aufmoduliert (z.B. am SRON, [Kuu06]). Hierbei ist jedoch die Realisierung von Bandfiltern bei tiefen Temperaturen mit einer ausreichenden Steilheit notwendig.

Ein weiterer Ansatz, der heute verfolgt wird, ist das *Microwave-SQUID-Multiplexing*. Die Trägerfrequenzen liegen dabei im GHz-Bereich, um eine noch höhere Anzahl von Sensoren in einer einzigen Messleitung zusammenfassen zu können (siehe auch [Irw05a]). So genannte HEMT-Verstärker¹⁸, die bei tiefen Temperaturen betrieben werden, sollen hierbei als rauscharme Vorverstärker eingesetzt werden.

Das Multiplexen bietet eine gute Möglichkeit, die Komplexität von großen Arrays von supraleitenden Phasenübergangsthermometern zu verringern. Kombiniert mit der guten Energieauflösung sind supraleitende Phasenübergangsthermometer ein funktionierendes Konzept für einen Tieftemperaturdetektor. In dem nun folgenden Kapitel soll auf das Konzept eines metallischen magnetischen Kalorimeters eingegangen werden, mit Hilfe dessen im Rahmen der vorliegenden Arbeit ein Detektor für die hochauflösende Röntgenspektroskopie entwickelt worden ist. Anschließend werden die Ergebnisse der durchgeführten Messungen und die hierbei erreichte Energieauflösung gezeigt.

¹⁸Abkürzung für High Electron Mobility Transistor.

4. Metallische magnetische Kalorimeter

4.1 Detektionsprinzip magnetischer Kalorimeter

Die physikalische Grundlage eines Kalorimeters ist der erste Hauptsatz der Thermodynamik. Dieser besagt, dass es bei der Zuführung einer Wärmemenge in ein System zu einer Erhöhung der inneren Energie und gegebenenfalls zur Verrichtung von Arbeit kommt. Im Fall von magnetischen Kalorimetern kann die Erhöhung der inneren Energie zum Nachweis von niederenergetischen Röntgenquanten genutzt werden.

Die wesentlichen Komponenten eines magnetischen Kalorimeters sind in Abbildung 4.1 schematisch dargestellt.

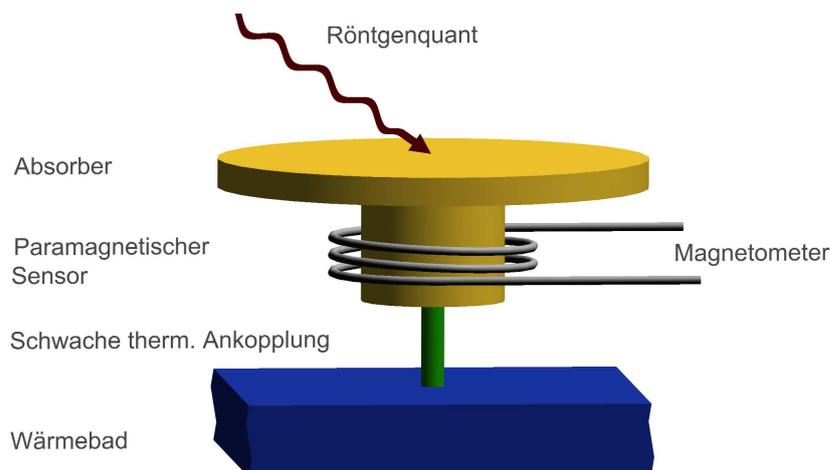


Abbildung 4.1: Schematische Darstellung der wesentlichen Komponenten eines magnetischen Kalorimeters.

Ein magnetisches Kalorimeter besteht aus einem Absorber für Röntgenquanten und einem metallischen, paramagnetischen Temperatursensor. Die beiden Systeme stehen in gutem thermischen Kontakt zueinander und werden im Folgenden als Detektor bezeichnet. Der Detektor ist über eine hinreichend schwache thermische Ankopplung mit einem Wärmereservoir der Temperatur T verbunden und befindet sich in einem äußeren Magnetfeld B . Über die Temperaturabhängigkeit der Magnetisierung des paramagnetischen Sensors ist es möglich, die Temperatur des Kalorimeters zu messen.

Die Deposition einer Energiemenge δE im Detektor, zum Beispiel durch ein absorbiertes Röntgenquant, führt bei gegebener Wärmekapazität C_{tot} zu einer Tempe-

aturerhöhung

$$\delta T = \frac{\delta E}{C_{\text{tot}}} . \quad (4.1)$$

Damit lässt sich die Messung des Energieeintrags auf die Messung einer Temperaturänderung reduzieren. Auf Grund des paramagnetischen Verhaltens des Sensors ist mit der Temperaturänderung eine Änderung der Magnetisierung δM verknüpft und für hinreichend kleine Energieeinträge in den Detektor gilt

$$\delta M \simeq \frac{\partial M}{\partial T} \delta T \simeq \frac{\partial M}{\partial T} \frac{\delta E}{C_{\text{tot}}} . \quad (4.2)$$

Die Magnetisierungsänderung δM induziert in der Leiterschleife eines Magnetometers eine Änderung des magnetischen Flusses

$$\delta \Phi \propto \frac{\partial M}{\partial T} \frac{1}{C_{\text{tot}}} \delta E . \quad (4.3)$$

Diese Flussänderung $\delta \Phi$ lässt sich äußerst empfindlich mit Hilfe eines SQUID-Magnetometers¹ nachweisen. Für kleine Energieeinträge ist das Detektorsignal $\delta \Phi$ proportional zu δE und es ist möglich, einzelne Röntgenquanten mit unterschiedlichen Energien nachzuweisen und aus diesen das Energiespektrum einer Quelle zu ermitteln.

Aus der Beziehung (4.3) lassen sich bereits zwei wichtige Forderungen an den Aufbau eines magnetischen Kalorimeters ableiten. Zum einen ist es vorteilhaft, ein Sensormaterial zu verwenden, dessen Magnetisierung M eine starke Temperaturabhängigkeit aufweist. Zum anderen sollte die Wärmekapazität C_{tot} so klein wie möglich gehalten werden, um die Temperaturerhöhung nach der Absorption eines Röntgenquants zu maximieren. Weitere Forderungen an einen Detektor zum Nachweis von Röntgenquanten sind eine hohe Quanteneffizienz, eine hohe Zählrate und eine große Absorptionsfläche.

Dies alles kann prinzipiell erreicht werden, indem man einen metallischen Absorber (z.B. Au, Ag, Bi) und einen metallischen, paramagnetischen Sensor bei tiefen Temperaturen betreibt. Die hohe Kernladungszahl sorgt für eine hohe Quanteneffizienz bei gleichzeitig großen Absorptionsflächen, das metallische System für schnelle Thermalisierungszeiten und somit hohe Zählraten. Bei tiefen Temperaturen wird die phononische und elektronische Wärmekapazität des Systems klein. Die Gesamtwärmekapazität ist durch die Wärmekapazität der magnetischen Momente im Sensor und der Wärmekapazität des Systems der Leitungselektronen gegeben. Dies alles führt bei einem Energieeintrag in den Detektor zu einer großen Temperaturänderung im Sensor und damit zu einer großen Flussänderung im Magnetometer.

¹Abkürzung für Superconducting Quantum Interference Device.

4.2 Physikalische Eigenschaften des Sensormaterials

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurde als Sensormaterial eine verdünnte Legierung aus Gold (Au) und dem Seltenerdmetall Erbium (Er) verwendet. Während sich reines Gold diamagnetisch verhält und bei Raumtemperatur eine magnetische Volumenssuszeptibilität von $\chi_{\text{Au}} = -3,45 \cdot 10^{-5}$ besitzt, zeigen die hinzugefügten Erbiumionen auf Grund der nur unvollständig gefüllten $4f$ -Orbitale paramagnetisches Verhalten.

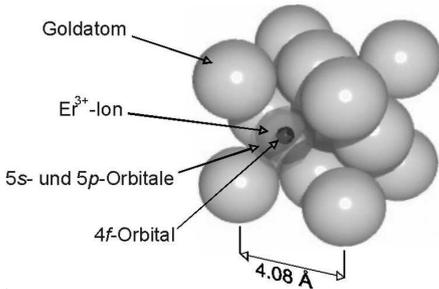


Abbildung 4.2: Schematische Darstellung des kubisch flächenzentrierten Gitters von Gold mit einem Er^{3+} -Ion auf einem regulären Gitterplatz.

In Abbildung 4.2 ist die Gitterstruktur einer Au:Er -Legierung schematisch dargestellt. Die Goldatome ordnen sich zu einem kubisch flächenzentrierten Gitter (Gitterkonstante $a_0 = 4,08 \text{ \AA}$), wobei ein Erbiumatom einen regulären Gitterplatz einnimmt und drei Elektronen an das System der delokalisierten Elektronen abgibt. Die Elektronenkonfiguration von einem Erbium-Ion ist mit

$$\text{Er}^{3+} : [\text{Kr}] 4d^{10} 4f^{11} 5s^2 5p^6 \quad (4.4)$$

gegeben. Die außenliegenden $5s$ - und $5p$ -Orbitale haben einen Radius von etwa $0,7 \text{ \AA}$ und schirmen die bei $r_{4f} \approx 0,3 \text{ \AA}$ liegenden $4f$ -Elektronen sehr gut ab [Fra76]. Die Größe des Kristallfeldes ist stark reduziert, und es ist möglich, die Gesamtdrehimpulse \mathbf{L} , \mathbf{S} und \mathbf{J} nach den Hundischen Regeln zu ermitteln. Das magnetische Moment $\boldsymbol{\mu}$ lässt sich mit Hilfe des Landé-Faktors

$$g_J = 1 + \frac{J(J+1) + S(S+1) - L(L+1)}{2J(J+1)} \quad (4.5)$$

und der Beziehung

$$\boldsymbol{\mu} = g_J \mathbf{J} \quad (4.6)$$

berechnen. Für das Er^{3+} -Ion erhält man $L = 6$, $S = 3/2$, $J = 15/2$ und $g_J = 6/5$. Auf Grund des Einflusses des Kristallfeldes kommt es zu einer Aufspaltung der $(2J+1)$ -fachen Entartung im Nullfeld in eine Gruppe von Multipletts (Γ_6 -, Γ_7 -Doublett, $3 \times \Gamma_8$ -Quartetts). Das Γ_7 -Doublett ist dabei das energetisch günstigste und besitzt eine Energie, die etwa $17 \text{ K} \cdot k_B$ niedriger als das erste angeregte Multiplett ist. Die Energieaufspaltung wurde durch Neutronenstreuung ermittelt [Hah92].

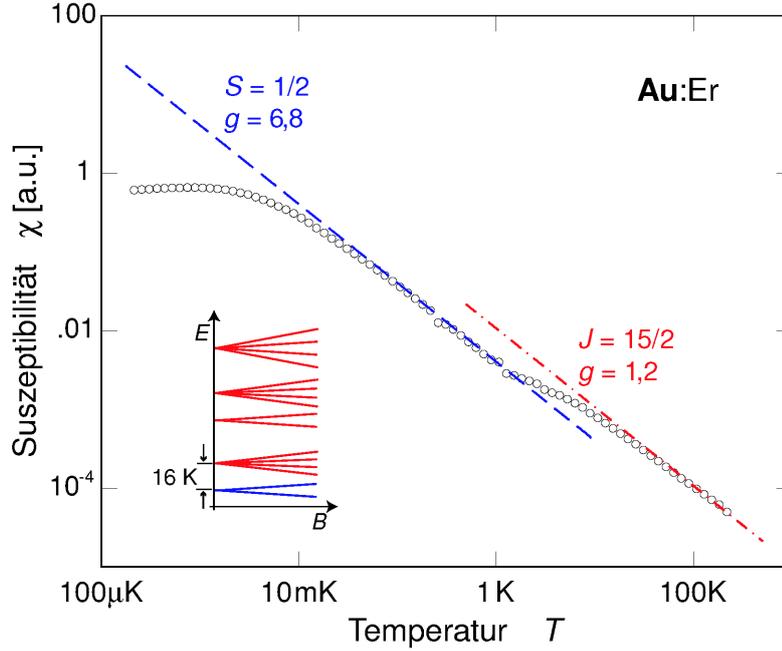


Abbildung 4.3: Magnetische Suszeptibilität einer Au:Er Probe (600 ppm) als Funktion der Temperatur T [Her00] [Fle03]. Von den Messwerten wurde der diamagnetische Anteil der Goldmatrix subtrahiert. Zusätzlich eingezeichnet sind die Curie-Geraden für $J = 15/2$, $g_J = 6/5$ und $\tilde{S} = 1/2$, $\tilde{g} = 34/5$.

In Abbildung 4.3 ist die gemessene magnetische Suszeptibilität von Au:Er als Funktion der Temperatur T im Temperaturbereich von $100 \mu\text{K}$ bis 300K gezeigt. Die Daten stammen von drei unterschiedlichen Messungen. Für die tiefsten Temperaturen bis etwa 20mK wurde eine Wechselfeldmessung der Suszeptibilität mit einer Impedanz-Messbrücke vom Typ LR700 (Linear Research) durchgeführt [Her00]. Im Temperaturbereich von etwa 20mK bis etwa $1,4 \text{K}$ wurde die Magnetisierung in einem kleinen magnetischen Gleichfeld mit Hilfe eines dc-SQUID-Magnetometers gemessen. Für Temperaturen oberhalb von $1,4 \text{K}$ wurden die Messungen der Magnetisierung in einem kleinen magnetischen Gleichfeld mit Hilfe eines kommerziellen SQUID-Magnetometers durchgeführt [Fle03].

Während die Messpunkte bei hohen Temperaturen ($T > 100 \text{K}$) der erwarteten Curie-Gerade für $J = 15/2$ und $g_J = 6/5$ folgen, weichen sie unterhalb dieser Temperatur auf Grund der verminderten Besetzung der höheren Kristallfeld-Multipletts vom erwarteten Verlauf erheblich ab. Bei Temperaturen unterhalb von etwa $1,5 \text{K}$ sind fast ausschließlich die beiden Energieniveaus des Γ_7 -Doublets besetzt und die Datenpunkte liegen nun auf der Curie-Gerade für $\tilde{S} = 1/2$ und $\tilde{g} = 34/5$. Für Temperaturen unterhalb von etwa 50mK flacht die gemessene Suszeptibilität ab, und sie erreicht die vom Curie-Gesetz vorhergesagten Werte nicht mehr. Dieses lässt sich auf den zunehmenden Einfluss der Wechselwirkung zwischen den magnetischen Momenten zurückführen. Bei einer Temperatur von etwa $0,9 \text{mK}$ durchläuft die Suszeptibi-

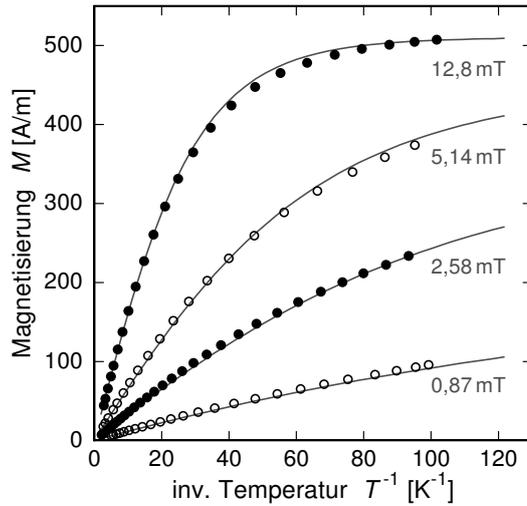


Abbildung 4.4: Gemessene Magnetisierung M in Abhängigkeit von der inversen Temperatur $1/T$ eines Au:Er-Sensors mit einer Konzentration von 300 ppm für verschiedene Magnetfelder. Die durchgezogenen Linien entsprechen Berechnungen unter der Annahme eines Wechselwirkungsparameters von $\alpha = 5$ [Fle03].

lität ein Maximum, welches auf den Übergang des Systems in einen Spinglaszustand hinweist.

In kleinen magnetischen Feldern und bei Temperaturen zwischen 10 mK und 1 K lässt sich das magnetische Verhalten von Er^{3+} -Ionen in Gold durch ein einfaches Zwei-Niveau-System erklären. Dieses vereinfachte Modell ist die Grundlage der thermodynamischen Beschreibung des Sensormaterials. Für den wechselwirkungsfreien Fall mit $\tilde{S} = 1/2$ ergibt sich für die Magnetisierung M der Ausdruck

$$M = \frac{N}{V} \frac{\tilde{g} \mu_B}{2} \tan \left(\frac{\tilde{g} \mu_B B}{2 k_B T} \right), \quad (4.7)$$

wobei N die Anzahl der magnetischen Momente, V das Volumen, $\tilde{g} = 34/5$ der Landé-Faktor und $\mu_B = 9,27 \cdot 10^{-24} \text{ J/T}$ das Bohrsche Magneton ist. Für hohe Temperaturen ergibt sich aus dem Ausdruck das bekannte Curie-Gesetz mit $M \propto 1/T$.

Zusätzlich müssen noch die vorhandenen Wechselwirkungen zwischen den einzelnen magnetischen Momenten berücksichtigt werden. Diese bestehen aus der Dipol-Dipol-Wechselwirkung und der so genannten RKKY-Wechselwirkung². Beide Wechselwirkungen fallen über den Abstand mit r^{-3} ab. Es ist möglich, das Verhältnis von der Stärke der RKKY-Wechselwirkung zur Stärke der Dipol-Dipol-Wechselwirkung durch den Wechselwirkungsparameter α zu beschreiben.

In [Abbildung 4.4](#) ist die gemessene Magnetisierung M in Abhängigkeit von der inversen Temperatur $1/T$ eines Au:Er-Sensors mit einer Konzentration von 300 ppm für verschiedene Magnetfelder dargestellt. Die durchgezogenen Linien entsprechen Berechnungen unter der Annahme eines Wechselwirkungsparameters von $\alpha = 5$

²Benannt nach den geistigen Vätern M.A. Rudermann, C. Kittel, T. Kasuya und K. Yosida. Indirekte Austauschwechselwirkung zwischen den lokalisierten $4f$ -Elektronen der Er^{3+} -Ionen, wobei die Elektronen des Leitungsbandes des Wirtsmaterials als Vermittler der Wechselwirkung fungieren.

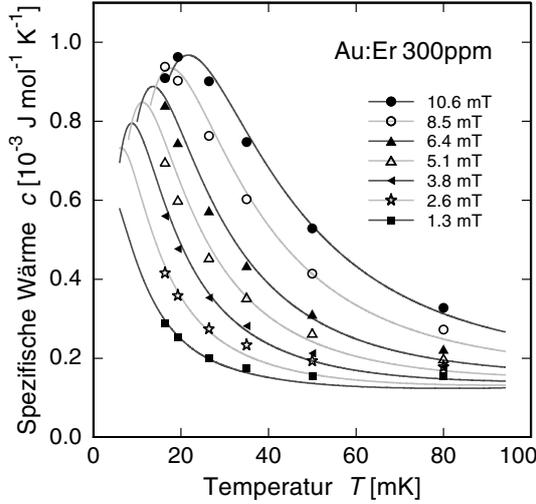


Abbildung 4.5: Gemessene spezifische Wärme c in Abhängigkeit von der Temperatur T eines Au:Er-Sensors mit einer Konzentration von 300 ppm für verschiedene Magnetfelder. Die durchgezogenen Linien entsprechen Berechnungen unter der Annahme eines Wechselwirkungsparameters von $\alpha = 5$ [Fle03].

[Fle03]. Man erkennt bei hohen Temperaturen das erwartete Curie-Verhalten, die Magnetisierung ist proportional zu $1/T$. Bei hohen Magnetfeldern und niedrigen Temperaturen kommt es zu dem erwarteten Sättigungsverhalten.

Die Wärmekapazität C_z der magnetischen Momente in einem äußeren Magnetfeld B ist für den wechselwirkungsfreien Fall durch den Ausdruck

$$C_z = N k_B \left(\frac{E}{k_B T} \right)^2 \frac{e^{E/k_B T}}{(e^{E/k_B T} + 1)^2} \quad (4.8)$$

gegeben. Dabei ist die Energie E durch die Zeeman-Aufspaltung der magnetischen Momente im äußeren Magnetfeld mit $E = \tilde{g}\mu_B B$ gegeben.

In Abbildung 4.5 ist die gemessene spezifische Wärme c in Abhängigkeit von der Temperatur T eines Au:Er-Sensors mit einer Konzentration von 300 ppm für verschiedene Magnetfelder dargestellt. Die durchgezogenen Linien entsprechen Berechnungen unter der Annahme eines Wechselwirkungsparameters von $\alpha = 5$ [Fle03]. Der Temperaturverlauf zeigt ein ausgeprägtes Maximum, das auch als Schottky-Anomalie bezeichnet wird. Sowohl die gemessenen Werte für die Magnetisierung M als auch die gemessenen Werte der Wärmekapazität c des Sensormaterials befinden sich in guter Übereinstimmung mit den Ergebnissen aus der theoretischen Beschreibung des Spinsystems unter Einbeziehung der RKKY-Wechselwirkung zwischen den magnetischen Momenten. Der Einfluss der Wechselwirkung führt zu einer Verbreiterung der Schottky-Anomalie. Das Verständnis des Verlaufs der Magnetisierung und der spezifischen Wärme sind wichtig für die im folgenden Abschnitt durchgeführte Optimierung eines magnetischen Kalorimeters.

4.3 Simulation der Signalhöhe und der Magnetisierung

Eine naheliegende Geometrie eines magnetischen Kalorimeters basiert auf einem SQUID-Magnetometer mit einer kreisförmigen Leiterschleife. In Abbildung 4.6 ist ein schematisches Schnittbild eines solchen Detektors dargestellt. Der zylindrische, paramagnetische Sensor befindet sich im Inneren der Leiterschleife eines SQUID-Magnetometers und ist mit einem Röntgenabsorber verbunden. Die kreisförmige Leiterschleife und die anderen Komponenten des dc-SQUID-Magnetometers sind mit Hilfe von lithographischen Techniken auf einem Silizium-Substrat aufgebracht. Die Verfügbarkeit von sehr empfindlichen SQUID-Magnetometern mit einer kleinen, kreisförmigen Leiterschleife haben zu großen Fortschritten bei der Realisierung von hochauflösenden metallischen magnetischen Kalorimetern geführt.

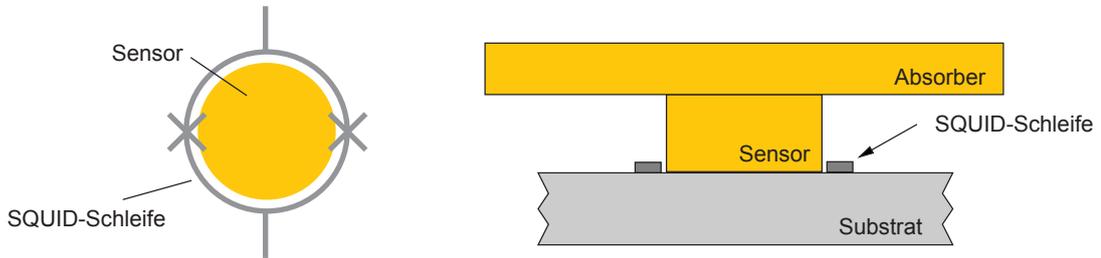


Abbildung 4.6: (rechts) Schematisches Schnittbild des in dieser Arbeit diskutierten metallischen magnetischen Kalorimeters. (links) Der zylindrische paramagnetische Sensor befindet sich in einer kreisförmigen Leiterschleife eines SQUID-Magnetometers.

Hat man sich auf das Sensormaterial und die Geometrie des Detektors festgelegt, so lässt sich eine Optimierung der Signalhöhe durchführen. Im Folgenden sollen nun die Ergebnisse einer Simulation für den Fall eines zylinderförmigen Sensors betrachtet werden, wie er im Rahmen dieser Arbeit für die hochauflösende Röntgenspektroskopie entwickelt wurde. Dazu müssen alle zugänglichen Parameter des Detektors frei variiert werden, um die Signalhöhe zu optimieren.

Die erwartete Signalhöhe bei der Absorption eines Röntgenquants kann für das in dieser Arbeit verwendete magnetische Kalorimeter berechnet werden. Die Signalhöhe pro Energieeintrag ist durch den Ausdruck

$$\frac{\delta\Phi}{\delta E} = \mu_0 \frac{G}{r} \frac{1}{C_s + C_a} V \frac{\partial M}{\partial T} \quad (4.9)$$

gegeben. Dabei ist $\mu_0 = 4\pi \cdot 10^{-7} \text{ Vs/Am}$ die Permeabilität des Vakuums, G der Geometriefaktor, r der Radius des Sensors, C_s und C_a die Wärmekapazität des Sensors bzw. des Absorbers und V das Volumen des Sensors mit $C_s = cV$. Der Parameter c ist die Wärmekapazität des Sensors pro Volumeneinheit. Die Wärmekapazität eines metallischen Absorbers wird vor allem vom Elektronensystem dominiert. Die spezi-

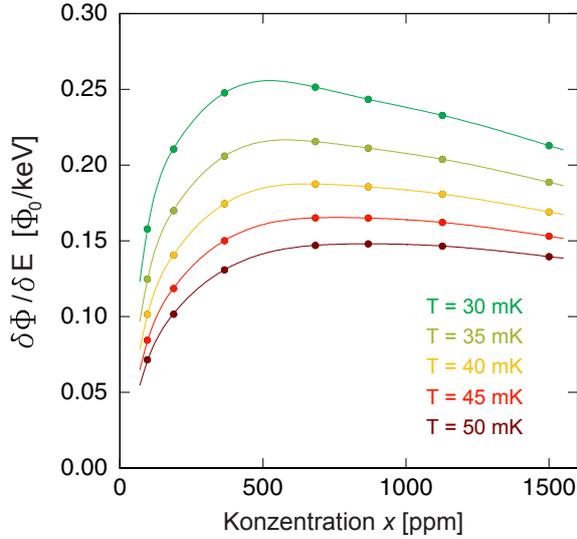


Abbildung 4.7: Berechnete Signalhöhe $\delta\Phi/\delta E$ in Abhängigkeit von der Konzentration x bei verschiedenen Temperaturen T .

fische Wärme des Elektronensystems c_e eines Metalls ist linear in der Temperatur. Es gilt $c_e = \gamma T$, wobei γ für Gold den Wert $7,29 \cdot 10^{-4} \text{ J}/(\text{mol K}^2)$ besitzt [Kit93].

Meist ist jedoch die Zahl der zugänglichen Parameter eingeschränkt, und nur wenige Größen können frei gewählt werden. So ist man z.B. schon durch die Eigenschaften der kommerziell zugänglichen SQUID-Magnetometer eingeschränkt. Die in dieser Arbeit verwendeten SQUID-Magnetometer besitzen eine kreisförmige Leiterschleife mit einem Radius von $r = 25 \mu\text{m}$. Daraus wird der optimale Radius des zylindrischen Sensors auf $25 \mu\text{m}$ begrenzt. Der Sensor wird durch Walzen des Ausgangsmaterials zu einer dünnen Folie hergestellt. Aus dieser dünnen Folie werden anschließend die gewünschten zylinderförmigen Sensoren geätzt.

Der Wert für die Wärmekapazität des Absorbers ist meist durch den betrachteten Energiebereich und die gewünschte Absorptionsfläche festgelegt. Hat man sich für einen Absorber aus Gold entschieden, so muss, für eine hohe Absorptionswahrscheinlichkeit von 98 % bei einer Energie von 6 keV, die Dicke des Absorbers $5 \mu\text{m}$ betragen. Die Fläche eines in der Röntgenastronomie verwendeten Absorbers liegt auf Grund eines ausgewogenen Kompromisses bei etwa $200 \times 200 \mu\text{m}^2$, da diese Größe etwa dem Fokus der Röntgenspiegel entspricht. Damit ist über das Volumen die Wärmekapazität des Absorbers festgelegt.

Eine Limitierung ist ebenfalls durch die erreichbare Temperatur des Kryostaten gegeben. Die Eigenschaften der in dieser Arbeit verwendeten Kryostate werden im folgenden Kapitel 5 ausführlich beschrieben. Bei den in dieser Arbeit durchgeführten Experimenten ist die Temperatur auf eine minimale Temperatur von 21 mK beschränkt. Wie wir noch sehen werden, befindet sich auf Grund der Leistungsdissipation beim Auslesen des SQUIDs die Temperatur der SQUID-Chip-Oberfläche auf einem leicht erhöhten Wert von typischerweise 35 mK.

Neben diesen eingeschränkten Parametern gibt es noch variable Größen, die zur Optimierung der Signalhöhe verwendet werden können. Dazu zählt zum einen die

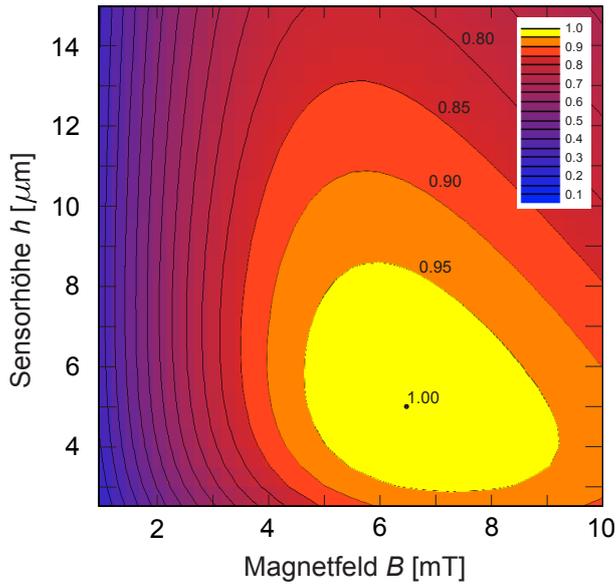


Abbildung 4.8: Berechnete Signalhöhe $\delta\Phi/\delta E$ in Abhängigkeit von der Höhe h des Sensors und dem Magnetfeld B bei einer Konzentration von 600 ppm und einer Temperatur von 35 mK. Die maximale Signalhöhe ist auf den Wert Eins normiert.

Größe des Magnetfeldes B , in dem sich der Sensor befindet. Zum anderen kann die Höhe h des Sensors und die Konzentration x an Erbium im Gold weitestgehend frei gewählt werden.

In Abbildung 4.7 ist die berechnete Signalhöhe $\delta\Phi/\delta E$ in Abhängigkeit von der Konzentration x bei verschiedenen Temperaturen T dargestellt. Dabei wurden für jeden berechneten Wert die Höhe h des Sensors und das Magnetfeld B so gewählt, dass die Signalhöhe für die gewählte Konzentration und Temperatur maximal wird. Die einzelnen Kurven in Abbildung 4.7 steigen zunächst rasch mit zunehmender Konzentration bis zu einem maximalen Wert an. Anschließend fallen die Kurven bei höheren Konzentrationen recht flach ab. Für eine Temperatur von 35 mK befindet sich der Wert für die optimale Signalhöhe bei einer Konzentration von etwa 600 ppm. Die dazu gehörende optimale Höhe des Sensors hat einen Wert von etwa 5 μm und der optimale Wert für das Magnetfeld ist etwa 6,5 mT.

In Abbildung 4.8 ist die berechnete Signalhöhe $\delta\Phi/\delta E$ in Abhängigkeit von der Höhe h des Sensors und dem Magnetfeld B bei einer Konzentration von 600 ppm und einer Temperatur von 35 mK dargestellt. Dabei wurde die maximale Signalhöhe auf den Wert Eins normiert. Die eingezeichneten Linien geben, ähnlich wie bei einem Höhenprofil einer topographischen Karte, Signalhöhen mit einem gleichen Wert wieder. Die Signalhöhe zeigt ein relativ breites Optimum. In dem dargestellten Bereich kommt es nur bei kleinen Magnetfeldern zu einer raschen Reduzierung der Signalhöhe. Für die Realisierung eines Detektors bedeutet dies, dass geringe Abweichungen von den optimalen Parametern die zu erwartende Signalhöhe nur in einem akzeptierbaren Maß verringern würden.

Das in dieser Arbeit entwickelte magnetische Kalorimeter wurde bei einer Sensortemperatur von etwa 35 mK betrieben, wobei die Temperatur des Kryostaten auf etwa 23 mK stabilisiert wurde. Für die Erbiumkonzentration wurde ein Wert von

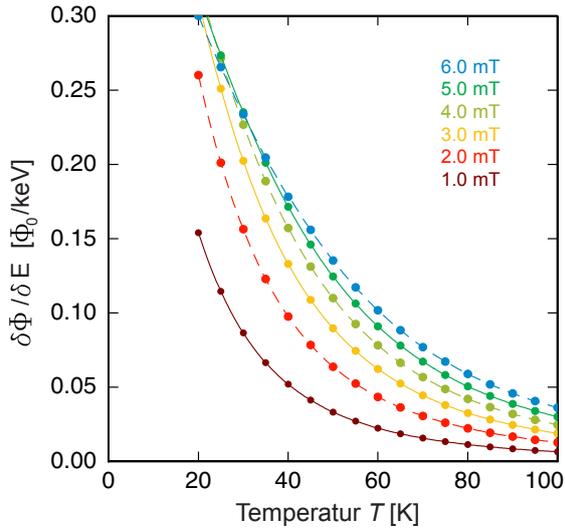


Abbildung 4.9: Berechnete Signalthöhe $\delta\Phi/\delta E$ in Abhängigkeit von der Temperatur T bei verschiedenen Magnetfeldern für einen Detektor mit einer Erbiumkonzentration von 600 ppm.

600 ppm gewählt. In den durchgeführten Experimenten wurde das Magnetfeld von einer kleinen externen Feldspule erzeugt. Dabei wurden Magnetfelder von bis zu etwa 3 mT erreicht. Höhere Magnetfelder, wie etwa die 6,5 mT für den optimierten Wert, konnten mit dieser Feldspule nicht erzeugt werden. Für den Sensor wurde eine Höhe von $8\ \mu\text{m}$ verwendet, was einen ähnlich großen Wert für die Signalthöhe bei dem optimalen Wert von $5\ \mu\text{m}$ ergibt.

An dieser Stelle soll angemerkt werden, dass es im Allgemeinen nicht ausreicht nur die Signalthöhe $\delta\Phi/\delta E$ aus Gleichung (4.9) zu optimieren, sondern dass für einen optimalen Detektor das Signal-zu-Rauschen-Verhältnis $(\delta\Phi/\delta E)/\sqrt{S_\Phi}$ optimiert werden muß. Eine ausführliche Beschreibung der Optimierungsrechnung in einem allgemeineren Zusammenhang, bei der nahezu alle Parameter frei variiert wurden, findet sich bei [Fle05]. Es kann gezeigt werden, dass es für einen Detektor möglich ist, die optimalen Parameter für die Sensorhöhe h , den Radius r , das Magnetfeld B und die Konzentration x numerisch für eine gegebene Temperatur T und Wärmekapazität des Absorbers C_a zu finden. Das Rauschen $\sqrt{S_\Phi}$ ist jedoch für das in dieser Arbeit diskutierte magnetische Kalorimeter insofern als konstant anzusehen, als dass ein SQUID mit einem kleinen magnetischen Flussrauschen und einem konstanten Radius von $25\ \mu\text{m}$ zur Verfügung stand. In diesem Fall ist es zweckmäßig, nur die Signalthöhe $\delta\Phi/\delta E$ zu optimieren.

In Abbildung 4.9 ist die berechnete Signalthöhe $\delta\Phi/\delta E$ in Abhängigkeit von der Temperatur T bei verschiedenen Magnetfeldern für einen Detektor mit einer Erbiumkonzentration von 600 ppm dargestellt. Der Sensor hat eine Höhe von $h = 8\ \mu\text{m}$ und einen Radius von $r = 25\ \mu\text{m}$. Er ist mit einem Absorber aus Gold mit einer Dicke von $5\ \mu\text{m}$ verbunden. Die Fläche des Absorbers beträgt $180 \times 180\ \mu\text{m}^2$. Der Absorber besitzt eine Wärmekapazität von $0,41\ \text{pJ/K}$ bei einer Temperatur von $35\ \text{mK}$. Die Signalthöhe $\delta\Phi/\delta E$ steigt zu tiefen Temperaturen steil an. Die simulierten Kurven für die verschiedenen Magnetfelder laufen bei hohen Temperaturen noch annähernd parallel, bei tiefen Temperaturen kommt es zu einem Überkreuzen der Linien. Das

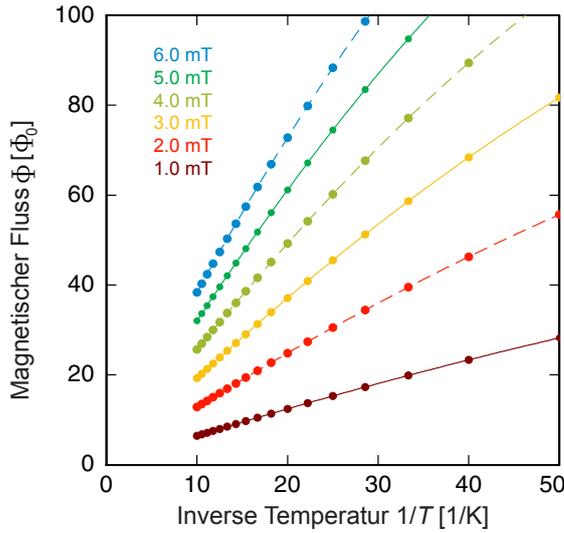


Abbildung 4.10: Berechnetes Magnetisierungssignal Φ in Abhängigkeit von der inversen Temperatur $1/T$ bei verschiedenen Magnetfeldern für einen Detektor mit einer Erbiumkonzentration von 600 ppm.

Überkreuzen für $B = 5 \text{ mT}$ und $B = 6 \text{ mT}$ bei einer Temperatur von etwa 30 mK deutet an, dass bei dieser Temperatur das optimale Magnetfeld zwischen den beiden genannten Werten liegt. Wird das Magnetfeld zu groß, so sinkt die erwartete Signalhöhe wieder. Die berechneten Signalhöhen werden in dem noch folgenden Abschnitt 7.7 mit den im Experiment gemessenen Signalhöhen verglichen.

Eine wichtige Größe für das Verständnis des Detektors ist das zu erwartende Magnetisierungssignal in Abhängigkeit von der Temperatur des Sensormaterials. Diese kann aus den gegebenen Größen berechnet werden. Die Magnetisierung des paramagnetischen Sensors kann über den in der SQUID-Schleife erzeugten magnetischen Fluss Φ gemessen werden. Der magnetische Fluss kann im Limes hoher Temperaturen und kleiner Felder in guter Näherung durch ein Curie-Weiß-Gesetz und somit durch

$$\Phi = G \pi r h \frac{\lambda}{T + \Theta} B \quad (4.10)$$

beschrieben werden. Dabei ist G der Geometriefaktor. Dieser hängt vom Verhältnis der Höhe des Sensors h zum Radius des Sensors r ab und kann numerisch berechnet werden. Für $h = 8 \mu\text{m}$ und $r = 25 \mu\text{m}$ beträgt er etwa 0,7. Die Parameter λ und Θ sind von der Konzentration x abhängig. Es gilt $\lambda = x \cdot 5,345 \text{ K}$ und $\Theta = x \cdot 5,415 \text{ K}$. Die Magnetisierung ist proportional zum Magnetfeld B . Für die hier gezeigten und bei der späteren Auswertung der Daten verwendeten Rechnungen wurden die in [Fle03] diskutierten thermodynamischen Eigenschaften von Au:Er verwendet, die im Gegensatz zu Curie-Weiß auch das Sättigungsverhalten der Magnetisierung in endlichen Feldern korrekt wiedergeben.

In der Abbildung 4.10 ist das berechnete Magnetisierungssignal Φ in Abhängigkeit von der inversen Temperatur $1/T$ bei verschiedenen Magnetfeldern für einen Detektor mit einer Erbiumkonzentration von 600 ppm gezeigt. Der Sensor hat eine Höhe

von $h = 8 \mu\text{m}$ und einen Radius von $r = 25 \mu\text{m}$. Man erkennt einen zu tiefen Temperaturen leicht gekrümmten Verlauf der Kurven. Die berechneten Magnetisierungen werden in dem noch folgenden Abschnitt 7.5 mit den im Experiment gemessenen Magnetisierungen verglichen.

4.4 Mäanderförmiger Detektor

Es gibt Sensorgeometrien, die im Vergleich zu einem zylindrischen Sensor in einer kreisförmigen Leiterschleife einen größeren Füllfaktor haben und daher ein etwas größeres Signal-zu-Rauschen-Verhältnis³ besitzen. Eine solche Geometrie ist z.B. die mäanderförmige Detektionsspule mit einem planaren Sensor. Bei einer mäanderförmigen Detektionsspule ist die Kopplung zwischen den magnetischen Momenten des Sensormaterials und der mäanderförmigen Detektionsschleife besonders gut, da sich die magnetischen Momente, verglichen mit einer kreisförmigen Leiterschleife, im Mittel in einem geringen Abstand zu den mäanderförmigen Detektionsschleifen befinden. Deshalb erwartet man eine Verbesserung der Sensitivität des Detektors. Auch lassen sich die flachen mäanderförmigen Strukturen gut mit photolithographischen Techniken herstellen und für Anwendungen mit großen Absorptionsflächen nutzen. Erste praktische Umsetzungen eines mäanderförmigen Detektors wurden z.B. in [Bur04] und [Rot06] beschrieben.

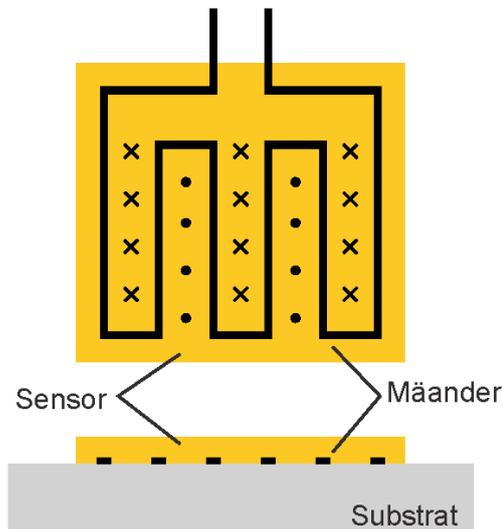


Abbildung 4.11: Schematische Aufsicht und schematisches Schnittbild eines magnetischen Kalorimeters mit einer mäanderförmigen Detektionsspule.

In Abbildung 4.11 ist die schematische Aufsicht und das schematische Schnittbild eines magnetischen Kalorimeters mit einer mäanderförmigen Detektionsspule dargestellt. Die mäanderförmige Leiterschleife befindet sich auf einem Silizium-Substrat.

³Das Rauschen soll nur vom magnetischen Flussrauschen des SQUID-Magnetometers abhängig sein.

Sie besteht aus supraleitendem Niob und ist mit Hilfe von photolithographischen Techniken auf dem Substrat aufgebracht. Die Mäanderschleife kann entweder Teil eines SQUID-Magnetometers sein oder ist indirekt mit Hilfe eines Flusstransformators mit einem SQUID-Magnetometer verbunden. Über der Mäanderstruktur befindet sich der paramagnetische Sensor. Dieser überdeckt die gesamte Fläche der Mäanderstruktur.

Zu großen Absorberwärmekapazitäten C_a hin werden zylinderförmige Sensoren mit entsprechend optimierten Volumen tendenziell sehr viel dicker (mehrere $10\ \mu\text{m}$), als entsprechend optimierte Sensoren für mäanderförmige Detektionsschleifen. Die dicken Sensoren bei einer zylinderförmigen Geometrie lassen sich durch photolithographische Techniken nur schwer herstellen. Deshalb eignen sich mäanderförmige Detektionsschleifen besonders gut für große Absorberwärmekapazitäten.

4.5 Energieauflösung

Die thermodynamischen Eigenschaften eines magnetischen Kalorimeters lassen sich durch die Annahme eines kanonischen Ensembles mit zwei diskreten Systemen beschreiben. Eine ausführliche Diskussion wird unter anderem in [Fle01] und [Dan01] geführt.

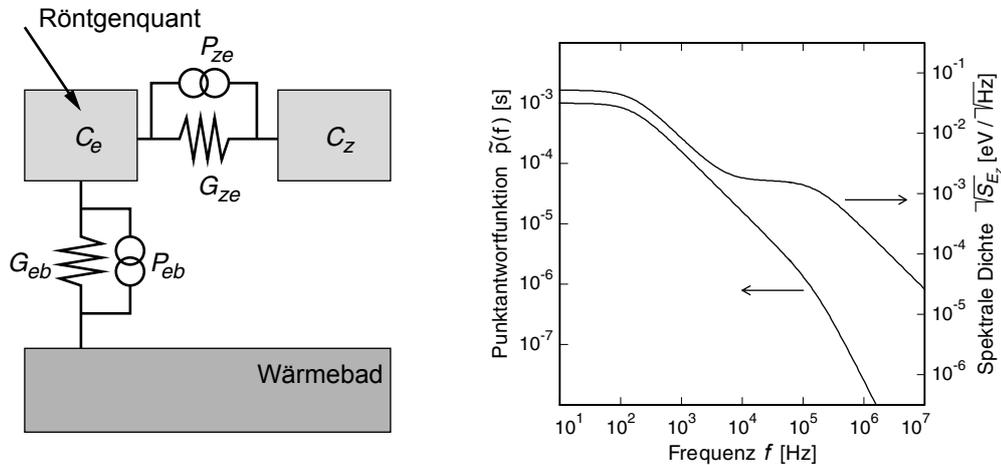


Abbildung 4.12: (links) Thermodynamisches Modell eines magnetischen Kalorimeters mit zwei diskreten Subsystemen. (rechts) Spektrum der Punktantwortfunktion $\tilde{p}(f)$ (linke Achse) und spektrale Dichte der Energiefluktuationen $\sqrt{S_{E_z}}$ (rechte Achse) eines magnetischen Kalorimeters in Abhängigkeit von der Frequenz f .

In Abbildung 4.12 (links) ist ein solches Modell dargestellt. Es besteht aus dem System der Leitungselektronen des Detektors mit der Wärmekapazität C_e und dem Zeeman-System der magnetischen Momente mit der Wärmekapazität C_z . Beide Systeme sind thermisch miteinander verbunden, die Stärke der Kopplung ist durch die

Wärmeleitfähigkeit G_{ze} gegeben. Das System der Leitungselektronen ist mit einem Wärmereservoir der Temperatur T verbunden, die Stärke der Kopplung wird durch die Wärmeleitfähigkeit G_{eb} beschrieben. Parallel zu den thermischen Ankopplungen sind die Rauschquellen P_{ze} und P_{eb} eingezeichnet, welche die Fluktuationen des Wärmeflusses durch die thermischen Ankopplungen beschreiben.

Kommt es zu einem Energieeintrag, z.B. durch die Absorption eines Röntgenquants, so gibt das Röntgenquant seine Energie zunächst an das System der Leitungselektronen ab. Dieses geschieht auf Grund der kurzen Zeitkonstanten nahezu instantan. Ein Großteil der Energie des absorbierten Röntgenquants wird nun vom System der Leitungselektronen auf das Zeeman-System der magnetischen Momente übertragen. Der Energieinhalt des Zeeman-Systems der magnetischen Momente kann sehr präzise mit Hilfe eines Magnetometers gemessen werden.

Auf der rechten Seite der Abbildung 4.12 ist das Spektrum Punktantwortfunktion $\tilde{p}(f)$ (linke Achse) und spektrale Dichte der Energiefluktuationen $\sqrt{S_{E_z}}$ (rechte Achse) eines magnetischen Kalorimeters in Abhängigkeit von der Frequenz f dargestellt. Das Spektrum der Punktantwortfunktion ist bei kleinen Frequenzen konstant, fällt dann proportional zu f^{-1} ab und verschwindet schließlich mit f^{-2} . Die beiden Grenzfrequenzen sind durch die Zeitkonstanten τ_0 und τ_1 der thermischen Ankopplungen gegeben.

Das Spektrum der Energiefluktuationen $\sqrt{S_{E_z}}$ setzt sich aus zwei stufenförmigen Anteilen zusammen, deren Plateaus durch die Werte $\sqrt{4k_B C_z T^2 \tau_1 \beta}$ für die niederfrequente Stufe und $\sqrt{4k_B C_z T^2 \tau_0 (1 - \beta)}$ für die hochfrequente Stufe gegeben sind. Für den Fall von etwa gleich großen Wärmekapazitäten und für sehr unterschiedliche Zeitkonstanten ist $\beta = C_z / (C_e + C_z)$.

Das Spektrum der Punktantwortfunktion und die spektrale Dichte der Energiefluktuationen zeigen ein qualitativ unterschiedliches Frequenzverhalten. Während die spektrale Dichte bei einer bestimmten Frequenz f_{eff} in ein zweites Plateau mündet, nimmt das Spektrum der Punktantwortfunktion an dieser Stelle weiterhin ab. Das Signal-zu-Rauschen-Verhältnis $SNR(f) = |\tilde{p}(f)|^2 / S_{E_z}$ ist nur bis zu dieser Frequenz konstant und fällt oberhalb dieser Frequenz proportional zu f^{-1} ab. Die nutzbare Bandbreite ist auf Grund des nicht über den gesamten Frequenzbereich konstanten Signal-zu-Rauschen-Verhältnisses auf Frequenzen unter der Frequenz f_{eff} beschränkt. Dieses führt dazu, dass die Energieauflösung eines magnetischen Kalorimeters auf fundamentale Weise einen endlichen Wert besitzt.

Der Wert für die Energieauflösung kann durch die Berechnung des Signal-zu-Rauschen-Verhältnisses ermittelt werden. An dieser Stelle soll nur das Ergebnis gezeigt werden. Eine ausführliche Berechnung findet sich unter anderem bei [Fle01]. Für die Energieauflösung erhält man den Ausdruck

$$\Delta E_{\text{FWHM}} \simeq 2,36 \sqrt{4 k_B C_e T^2} \left(\frac{\tau_0}{\tau_1} \frac{1}{\beta(1 - \beta)} \right)^{1/4}. \quad (4.11)$$

Damit kann die erreichbare Energieauflösung für das in dieser Arbeit verwendete magnetische Kalorimeter berechnet werden. Der Detektor besitzt einen Röntgenabsorber aus Gold mit den Abmessungen $180 \times 180 \times 5 \mu\text{m}^3$ und einen zylindrischen Au:Er-Sensor mit einem Radius von $25 \mu\text{m}$ und einer Höhe von $8 \mu\text{m}$. Die Erbiumkonzentration beträgt 600 ppm. Die Wärmekapazität C_e ist vor allem durch die Wärmekapazität des Absorbers gegeben. Es ergibt sich ein Wert von $0,41 \text{ pJ/K}$ bei einer Temperatur des Detektors von etwa 35 mK . Die Wärmekapazität C_z der Zeeman-Systeme des Sensors ist etwa doppelt so groß wie die Wärmekapazität des Systems der Leitungselektronen C_e , was dem Fall $\beta \simeq 2/3$ entspricht. Die Zeitkonstanten sollen $\tau_0 = 1 \mu\text{s}$ und $\tau_1 = 1 \text{ ms}$ betragen. Daraus ergibt sich für die instrumentelle Linienbreite des Detektors der Wert $\Delta E_{\text{FWHM}} \simeq 0,64 \text{ eV}$.

5. Erzeugung tiefer Temperaturen

Schon die ersten Überlegungen im Bezug auf das Detektionsprinzip eines magnetischen Kalorimeters in Abschnitt 4.1 haben darauf hingedeutet, dass es von Vorteil ist, ein magnetisches Kalorimeter bei tiefen Temperaturen zu betreiben, da dort die Wärmekapazität des Detektors sehr klein wird und das zu erwartende Signal entsprechend groß ist. Die in Abschnitt 4.2 zusammengetragenen Erkenntnisse über die Eigenschaften des Sensormaterials Au:Er haben den optimalen Temperaturbereich auf etwa 10 mK bis 100 mK eingeschränkt. In diesem Temperaturbereich lässt sich die Signalgröße und die Magnetisierung des Sensormaterials durch theoretische Modelle qualitativ und quantitativ verstehen.

Tiefe Temperaturen können mit einer Reihe von Kühltechniken erzeugt werden ([Pob96], [Ens00b]). Zu den heutigen Standardtechniken zählen z.B. der $^3\text{He}/^4\text{He}$ -Verdünnungskryostat und der Elektronenspin-Entmagnetisierungskryostat. Die in dieser Arbeit vorgestellten Messungen wurden in einem Heliumbad-Kryostaten und in einem Pulsröhrenkühler durchgeführt. Beide Kryostate verfügen über eine Elektronenspin-Entmagnetisierungsstufe, mit der sich Temperaturen im mK Bereich erzeugen lassen. Im nun folgenden Abschnitt soll zunächst auf das Prinzip der adiabatischen Entmagnetisierung eingegangen werden. Anschließend wird der in dieser Arbeit verwendete Heliumbad-Kryostat und der in dieser Arbeit verwendete Pulsröhrenkühler im Detail vorgestellt.

5.1 Adiabatische Entmagnetisierung

Für die adiabatische Elektronenspin-Entmagnetisierung werden meist paramagnetische Salze, wie z.B. Eisen-Ammonium-Alaun¹ (FAA) oder Gadolinium-Gallium-Granat² (GGG), verwendet. Die thermodynamischen Eigenschaften der paramagnetischen Salze werden bei tiefen Temperaturen hauptsächlich durch die Freiheitsgrade des Gitters und der lokalisierten magnetischen Momente der paramagnetischen Ionen bestimmt (siehe auch [Ens00b]).

Das Prinzip der Kühlung durch adiabatisches Entmagnetisieren ist die gezielte Beeinflussung der Entropie der magnetischen Momente mit Hilfe eines äußeren Magnetfeldes. Zunächst steht das Arbeitsmedium in gutem thermischen Kontakt zu einem Wärmereservoir mit der Temperatur T_i . Im thermodynamischen Gleichgewicht befinden sich die magnetischen Momente in einem Zustand maximaler Unordnung. Wird nun ein äußeres Magnetfeld angelegt, so spalten sich die bisher entarteten Zustände der magnetischen Momente gemäß der Zeeman-Aufspaltung auf. Ist die Aufspal-

¹Die chemische Formel ist $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot (\text{NH}_4)_2 \text{SO}_4 \cdot 24 \text{H}_2\text{O}$.

²Die chemische Formel ist $\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{-O}_{12}$.

tung zwischen den Zeeman-Niveaus größer als die thermische Energie $g\mu_B B > k_B T$, so besetzten im thermischen Gleichgewicht ein Großteil der Spins die energetisch günstigsten Zustände. Gleichzeitig kommt es durch das Anlegen des Magnetfeldes zu einer Energieabsenkung dieser Zustände. Die dabei frei werdende Energie wird vom Phononensystem des Arbeitsmediums aufgenommen und an das Wärmereservoir abgegeben. In ausreichend großen Magnetfeldern ist die Magnetisierung des Arbeitsmediums nahezu maximal und die Entropie des Spinsystems sehr gering.

Der thermische Kontakt zwischen dem paramagnetischen Salz und dem Wärmereservoir wird unterbrochen und das äußere Magnetfeld langsam reduziert. Der Vorgang sollte dabei so langsam erfolgen, dass sich das Phononensystem und das System der magnetischen Momente zu jedem Zeitpunkt nahe dem thermischen Gleichgewicht befinden. Durch die Reduktion der Zeeman-Aufspaltung wird die thermische Besetzung der höherliegenden Zeeman-Niveaus wieder möglich, gleichzeitig werden die abgesenkten energetisch günstigsten Zustände wieder angehoben. Es kommt zu einem Wärmefluss aus dem System der Phononen in das System der magnetischen Momente, das Phononensystem kühlt sich ab und kann dabei sehr tiefe Temperaturen erreichen.

Die auf diese Weise erreichbaren Temperaturen lassen sich durch folgende Überlegung abschätzen. Man geht zunächst davon aus, dass sich im Arbeitsmedium nur magnetische Momente befinden, die untereinander nicht wechselwirken. Nach einer isothermen Aufmagnetisierung des Systems bei einer Temperatur T_i besitzen die magnetischen Momente eine stark reduzierte Entropie $S(T_i, B_i)$, die nach dem Trennen von Arbeitsmedium und Wärmereservoir auch bei Magnetfeldänderungen erhalten bleibt. Da die Entropie eine Funktion des Verhältnisses aus Zeeman-Aufspaltung $g\mu_B B$ und thermischer Energie $k_B T$ ist ($S = S(B/T)$), kann man unmittelbar auf die Temperatur T_f des Systems bei einem reduzierten Magnetfeld B_f schließen. Da sich in diesem Modell die Entropie bei einer adiabatischen Entmagnetisierung nicht ändert, gilt $S(B_i/T_i) = S(B_f/T_f)$, und somit ist die Endtemperatur durch die einfache Beziehung

$$T_f = \frac{B_f}{B_i} T_i \quad (5.1)$$

gegeben. Die Endtemperatur T_f ist proportional zum Magnetfeld B_f , bei der die Entmagnetisierung angehalten wird. In diesem Modell scheint es möglich, eine beliebig tiefe Temperatur zu erreichen. Das Vorhandensein von wechselwirkenden magnetischen Momenten in einem realen Paramagneten führt jedoch zu einem effektiven inneren Magnetfeld, welches dem äußeren überlagert ist. Die erreichbare Endtemperatur ist deshalb durch die Startbedingungen T_i , B_i und die Größe des inneren Magnetfeldes limitiert.

Im Unterschied zu einem $^3\text{He}/^4\text{He}$ -Verdünnungskryostaten handelt es sich bei dieser Kühlmethode nicht um einen kontinuierlich arbeitenden Kühlprozess. Nach einer vollständigen Entmagnetisierung steht von diesem Zeitpunkt an keine Kühlleistung

mehr zur Verfügung und die Temperatur des Systems steigt gemäß des parasitären Wärmeflusses \dot{Q} und der Wärmekapazität C mit einer Rate von $\dot{T} = \dot{Q}/C$ an.

5.2 Heliumbad-Kryostat

In Abbildung 5.1 ist ein schematisches Schnittbild eines adiabatischen Elektronenspin-Entmagnetisierungskryostaten (ADR³) zur Erzeugung von tiefen Temperaturen gezeigt.

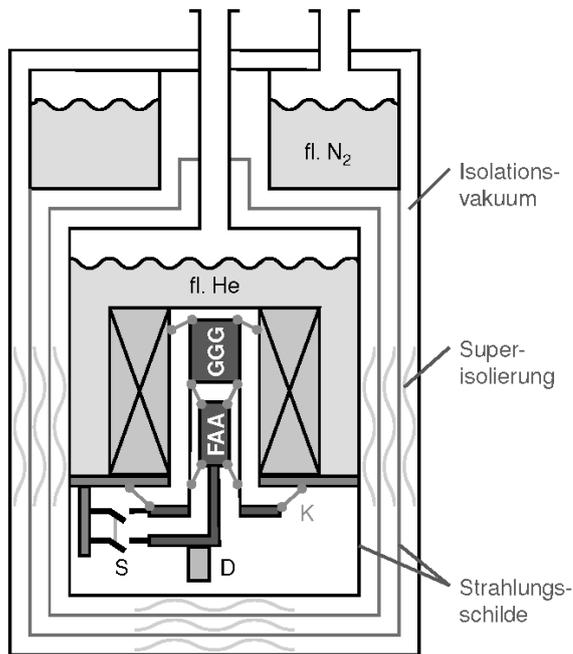


Abbildung 5.1: Schematisches Schnittbild eines Elektronenspin-Entmagnetisierungskryostaten zur Erzeugung tiefer Temperaturen. Die beiden paramagnetischen Salzpillen (FAA, GGG) sind an Kevlarfäden (K) befestigt und können über einen mechanischen Wärmeschalter (S) mit der Bodenplatte des Heliumbads in thermischen Kontakt gebracht werden. Der Detektor (D) ist auf einem Kupferarm montiert, der in gutem thermischen Kontakt zur FAA-Salzpille steht.

Innerhalb eines gemeinsamen Isolationsvakuums befinden sich mehrere Bereiche unterschiedlicher Temperaturen, die durch Strahlungsschilde und eine Superisolierung voneinander getrennt sind. Zur Vorkühlung dient ganz außen liegend das Stickstoffbad ($T = 77\text{ K}$). Zwischen diesem und dem Heliumbad ($T = 4,2\text{ K}$) befindet sich noch ein weiteres Strahlungsschild, das durch aufsteigendes kaltes Heliumgas auf eine Temperatur von etwa 20 K gekühlt wird. Die beiden paramagnetischen Salzpillen (FAA, GGG) sind an Kevlarfäden (K) mit der Bodenplatte des Heliumbads befestigt. Die Kevlarfäden besitzen eine sehr geringe Wärmeleitfähigkeit und bestehen aus vielen sehr dünnen Einzelfasern. In jede Salzpille ist ein Kupferstab eingelassen, an dem zusätzlich ein Kupferarm und eine Kupferplatte (Experimentierplattform) befestigt sind, auf der Experimente, wie z.B. ein Detektor (D), montiert werden können. Der Kupferarm, und damit die Salzpille, kann über einen mechanischen Wärmeschalter (S) mit der Bodenplatte des Heliumbads in thermischen Kontakt gebracht werden. Um die Salzpillen vor parasitären Wärmeeinträgen durch Infrarotstrahlung zu schützen, ist der innere Bereich des Kryostaten von einem Strahlungsschild aus

³Abkürzung aus dem Englischen für Adiabatic Demagnetization Refrigerator.

vergoldetem Kupfer umgeben. Innerhalb des Heliumbads befindet sich eine supraleitende Spule, mit deren Hilfe Magnetfelder bis ca. 6 T erzeugt werden können. Die Spule befindet sich wegen der notwendigen Kühlung direkt im flüssigen Helium.

Um die Starttemperatur, die durch die Temperatur des Heliumbads $T_i = 4,2$ K gegeben ist, noch weiter zu senken, kann man am Heliumbad pumpen und dadurch die Temperatur auf $T_i \simeq 1,5$ K senken. Bei dieser Starttemperatur und einem Magnetfeld von $B_i = 6$ T erreicht die FAA-Salzpille bei vollständiger Entmagnetisierung eine Endtemperatur von $T_f \simeq 21$ mK. Die GGG-Salzpille erreicht auf Grund der höheren Konzentration an magnetischen Momenten, und der damit verbundenen höheren inneren Magnetfelder, nur eine Endtemperatur von $T_f \simeq 250$ mK. Allerdings besitzt die GGG-Salzpille bei dieser Temperatur eine sehr viel größere Wärmekapazität. Das ist auch der Grund für das parallele Abkühlen der beiden unterschiedlichen Salzpillen. Alle elektrischen Leitungen und die Kevlarfäden, die auf der kälteren FAA-Salzpille enden, können vorher auf der etwas wärmeren GGG-Salzpille thermisch abgefangen werden. Dies reduziert die parasitären Wärmeeinträge erheblich und verlängert die Standzeit des Kryostaten bei tiefen Temperaturen. Nach der vollständigen Entmagnetisierung und dem Erreichen der Endtemperatur steigt die Temperatur der Experimentierplattform mit einer Rate von etwa $0,1$ mK/h an⁴. Dies entspricht einem parasitären Wärmeeintrag von wenigen Nanowatt.

Heizleistungen dieser Größenordnung können auch durch Vibrationen des Aufbaus oder durch die Einstrahlung von hochfrequenten elektromagnetischen Wellen (Radiosender, Mobilfunk) in unzureichend abgeschirmten oder in schlecht gefilterten elektrischen Leitungen erzeugt werden. Zur maximalen Reduzierung dieser störenden Einflüsse wurde der Kryostat in einem besonderen, erschütterungsfreien Raum im Kellergeschoss des Instituts innerhalb einer Hochfrequenzabschirmkammer⁵ (Faraday-Käfig) aufgebaut. Zusätzlich ruht der Kryostat auf einer 300 kg schweren Steinplatte, die mit luftgepolsterten Füßen zum Schweben gebracht werden kann. Innerhalb der Abschirmkammer werden alle analogen elektronischen Geräte, die zur Steuerung des Kryostaten und zur Auslesung des Detektors benötigt werden, mit Hilfe von Blei-Gel-Akkumulatoren⁶ mit Gleichstrom versorgt. Diese befinden sich ebenfalls in der Abschirmkammer.

5.3 Pulsröhrenkühler

Ein Nachteil bei einem Kryostaten mit einem Stickstoff- bzw. Heliumbad ist die ständige Versorgung mit kalten Flüssigkeiten. Entweder ist man auf eine externe Zu-

⁴Die Aufwärmrate ist etwa 24 Stunden lang konstant, steigt anschließend an, da einerseits die Wärmekapazität der FAA-Salzpille abnimmt und andererseits die Temperatur der GGG-Salzpille ebenfalls ansteigt.

⁵Dabei handelt es sich um eine $2\text{ m} \times 2\text{ m} \times 2,5\text{ m}$ große Stahlkabine.

⁶Insgesamt stehen 8 Akkumulatoren vom Typ Dryfit-Solar-Block mit einer Klemmenspannung von 6 V (nominal) und einer Kapazität von 200 Ah zur Verfügung. Dies entspricht einer Gesamtenergie von 9,6 kWh und ermöglicht eine Messzeit von ca. 7 Tagen ohne Unterbrechung.

lieferung angewiesen, oder man muss über eine entsprechende Infrastruktur verfügen, d.h. für Helium ein Rückleitungssystem für das entstehende warme Gas und einen Heliumverflüssiger zur Gewinnung von flüssigem Helium. Eine interessante Möglichkeit, ganz auf kalte Flüssigkeiten zu verzichten, aber dennoch tiefe Temperaturen zu erreichen, bietet ein sogenannter Pulsröhrenkühler⁷.

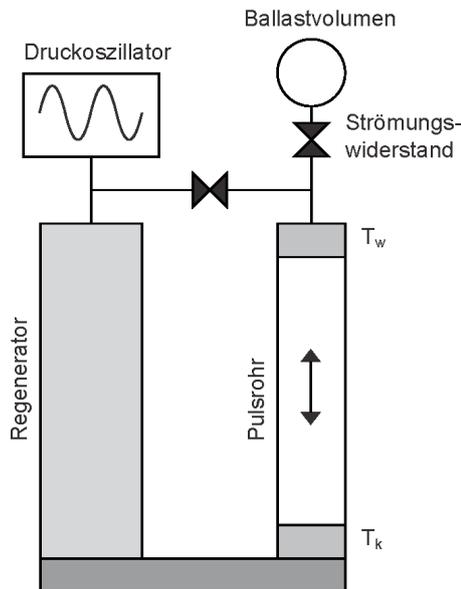


Abbildung 5.2: Schematische Darstellung eines Pulsröhrenkühlers.

Das Funktionsprinzip eines Pulsröhrenkühlers beruht auf der periodischen Druckänderung und Verschiebung eines Arbeitsgases (Helium) in einem dünnwandigen Zylinder, dem sogenannten Pulsrohr (siehe auch [VDI96]). In Abbildung 5.2 ist eine schematische Darstellung eines Pulsröhrenkühlers gezeigt. Ein Druckoszillator erzeugt eine zeitliche Variation des Druckes. Dazu wird über ein Rotationsventil periodisch die Hochdruckseite und die Niederdruckseite eines Kompressors⁸ mit dem Pulsröhrenkühler angeschlossen. Das Pulsrohr ist über einen Regenerator mit dem Druckoszillator verbunden. Der Regenerator dient als Wärmespeicher, der das vom Druckoszillator einströmende Gas vor Eintritt in das Pulsrohr abkühlt und anschließend das ausströmende Gas wieder auf Raumtemperatur erwärmt. Damit dieser Vorgang besonders effektiv ist, ist der Regenerator mit einem Material hoher Wärmekapazität gefüllt, das einen guten Wärmeaustausch mit dem durchströmenden Gas bei gleichzeitig geringem Durchflusswiderstand aufweist. Bei Temperaturen oberhalb von 30 K verwendet man Stapel von feinmaschigen Edelstahl- oder Bronzesieben, für tiefere Temperaturen Materialien wie Bleischrot und magnetische Materialien wie z.B. Er-Ni-Legierungen. Magnetische Materialien besitzen auf Grund der Schottky-Anomalie bei tiefen Temperaturen eine sehr große Wärmekapazität. Das Pulsrohr besitzt an beiden Enden einen Wärmetauscher, das obere Ende ist über

⁷Der in dieser Arbeit verwendete Pulsröhrenkühler wurde von der Firma Vericold Technologies GmbH aus Ismaning/München hergestellt.

⁸Der hier verwendete Kompressor benötigt eine Leistung von 6 kW und eine Wasserkühlung.

einen Strömungswiderstand mit einem Ballastvolumen verbunden. Ebenfalls existiert eine Verbindung über einen weiteren Strömungswiderstand zum Druckoszillator.

Der Kühlprozess läuft qualitativ wie folgt ab: In der Kompressionsphase strömt das im Regenerator vorgekühlte Gas in das Pulsrohr ein. Durch die Druckerhöhung wird das Gas im Pulsrohr erwärmt und gleichzeitig zum Wärmetauscher am oberen Ende hin verschoben. Ein Teil der Kompressionswärme wird an die Umgebung abgeführt. Durch die anschließende Expansion erfolgt eine Abkühlung des Gases im Pulsrohr. Das aus dem Pulsrohr strömende Gas ist nun kälter als beim Eintritt und kann daher Wärme aus dem unteren Wärmetauscher und dem zu kühlenden Objekt aufnehmen. Eine etwas genauere Analyse der Prozesse zeigt, dass für den Wärmetransport vom unteren zum oberen Ende ein Wärmeaustausch zwischen Gas und Rohrwand erforderlich ist. Da der Wärmekontakt jedoch nur in einer dünnen Gas-schicht an der Rohrwand erfolgt, ist der Kühlprozess sehr ineffektiv. Eine wesentliche Steigerung der Effektivität ergibt sich durch den Anschluss eines Ballastvolumens über einen Strömungswiderstand am oberen Wärmetauscher. Zum einen kann das erwärmte Gas dort Kompressionswärme abgeben, zum anderen leistet das Gas im Pulsrohr Arbeit beim Verschieben von Gas in das Ballastvolumen, wodurch ein wesentlich höherer Kühleffekt erreicht wird. Eine weitere Steigerung der Effektivität lässt sich dadurch erreichen, indem man den Anteil des Gasflusses, der zur Druckänderung im oberen, warmen Teil des Pulsrohres nötig ist, durch einen zweiten Einlass über einen Strömungswiderstand am oberen Ende einleitet. Da dieser Gasfluss nicht mehr den Regenerator passiert, werden die Verluste im Regenerator verringert. Außerdem stellt sich eine für die Kühlung günstigere zeitliche Abfolge von Druck- und Flussänderungen ein.

Bis auf das Rotationsventil ist der gesamte Pulsröhrenkühler frei von beweglichen Teilen. Das Rotationsventil ist über einen flexiblen Schlauch, der die auftretenden Schwingungen stark dämpft, an den Pulsröhrenkühler angeschlossen. Ein einstufiger Pulsröhrenkühler kann heute Temperaturen von unter 30 K erreichen, je nach benötigter Kühlleistung. Dabei gilt der Zusammenhang, dass je größer die benötigte Kühlleistung ist, desto höher wird die erreichbare Arbeitstemperatur sein. Während seines Betriebes muss sich der Pulsröhrenkühler in einer aufrechten Position befinden, da es zu einer temperaturabhängigen Schichtung des Heliumgases im Pulsrohr kommt. Bei Neigungswinkel bis etwa 45° funktioniert der Pulsröhrenkühler noch mit fast unverminderter Kühlleistung, bei größeren Neigungswinkeln kommt der Kühlprozess zum Erliegen.

Um auf noch tiefere Temperaturen zu gelangen, ist es möglich, einen zweistufigen Aufbau zu verwenden. In [Abbildung 5.3](#) ist eine schematische Darstellung eines zweistufigen Aufbaus mit anschließender Entmagnetisierungsstufe gezeigt. Die erste Pulsröhrenkühlerstufe wird dazu verwendet, um eine Temperatur zwischen 50 K und 70 K zu erzeugen und dabei gleichzeitig eine sehr große Kühlleistung von bis zu 10 W zu erhalten. Damit lässt sich die Wärmelast auf die zweite Pulsröhrenkühlerstufe stark reduzieren, was dazu führt, dass die zweite Stufe noch tiefere Temperaturen erreichen kann. Auch werden mit Hilfe der großen Kühlleistung der ersten

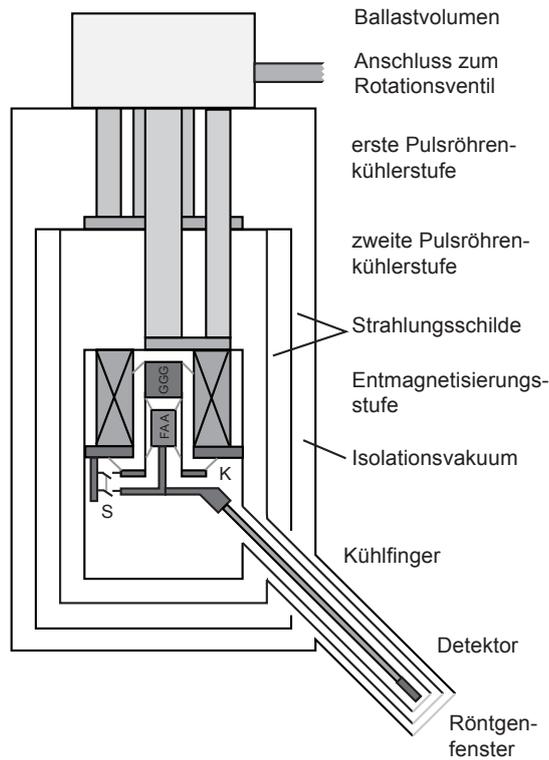


Abbildung 5.3: Schematische Darstellung eines Pulsröhrenkühlers mit Entmagnetisierungsstufe und Kühlfinger.

Stufe Strahlungsschilde zwischen Zimmertemperatur und dem inneren Aufbau gekühlt. Die zweite Pulsröhrenkühlerstufe erreicht eine Temperatur von etwa 3 K ohne zusätzliche Wärmelast und 4,2 K bei einer Wärmelast von 350 mW.

Die zweite Pulsröhrenkühlerstufe dient zur Kühlung einer Entmagnetisierungsstufe. Deren Funktionsprinzip wurde im vorangegangenen Abschnitt 5.1 ausführlich erklärt. Mit Hilfe der Entmagnetisierungsstufe lassen sich Temperaturen von etwa 35 mK erzeugen. Eine Besonderheit dieses Kryostaten ist das Vorhandensein eines Kühlfingers, an dessen Ende ein Detektor, z.B. ein magnetisches Kalorimeter, betrieben werden kann. Der Detektor ist über ein Kupferrohr mit der FAA-Salzpille verbunden, er ist von einer Reihe von Strahlungsschilden umgeben und an seiner Stirnseite befinden sich mehrere Lagen von Röntgenfenstern aus sehr dünnen Aluminiumfolien. Diese ermöglichen es einer von außen eintretenden Röntgenstrahlung in das evakuierte Innere des Kryostaten zu gelangen und dort auf den Detektor zu treffen. Der Kühlfinger, zusammen mit den Strahlungsschilden, kann in ein kommerzielles Rasterelektronenmikroskop eingeführt werden. Im Rasterelektronenmikroskop kann man eine zu untersuchende Oberfläche mit Elektronen beschießen, die dabei auftretende charakteristische Röntgenstrahlung gelangt durch die Röntgenfenster zum Detektor und kann dort nachgewiesen werden. Untersuchungen von mikrometergroßen Strukturen auf Oberflächen und deren chemischer Zusammensetzung sind dadurch zerstörungsfrei möglich.

5.4 Thermometrie und Temperaturstabilisierung

Nach einer vollständigen Entmagnetisierung und dem Erreichen der Endtemperatur steigt die Temperatur der Experimentierplattform bedingt durch parasitäre Wärmeeinträge langsam wieder an. Diese stetige Temperaturerhöhung hat zur Folge, dass die Signalgrößen bei der Absorption eines Röntgenquants immer kleiner werden und dass sich die Signalform auf Grund von schnelleren Thermalisierungszeiten bei höheren Temperaturen verändert. Da typische hochauflösende Messungen auf Grund der gewünschten hohen Statistik bis zu mehreren Stunden dauern, ist eine Temperaturdrift des Kryostaten nicht tolerierbar. Um eine konstante Temperatur innerhalb der FAA-Salzpille und damit auf der Experimentierplattform zu erzeugen, kann man den Prozess des Entmagnetisierens bei einem endlichen Magnetfeld anhalten. Die so erzeugte Temperatur ist zwar etwas höher als die minimal erreichbare, ein Temperaturanstieg auf Grund von parasitären Wärmeeinträgen kann jedoch durch weiteres Entmagnetisieren kompensiert werden.

Zur Messung der Temperatur wurde unter anderem ein Widerstandsthermometer aus RuO_2 verwendet, das am Walther-Meißner-Institut in München kalibriert wurde. Der Widerstandswert wurde mit Hilfe einer Vier-Draht-Messung von einer Widerstandsmessbrücke des Typs AVS-47⁹ erfasst. Während des Detektorbetriebs wurde die Messbrücke von den weiter oben erwähnten Blei-Akkumulatoren mit Gleichstrom versorgt.

Die Stabilisierung der Temperatur wurde von einem PID-Regler¹⁰ übernommen. Die Temperatur der FFA-Salzpille wird in Form eines Widerstands von der Widerstandsmessbrücke gemessen und als zum Widerstand proportionale Spannung analog ausgegeben. Das Spannungssignal wird digitalisiert und über ein Glasfaserkabel an einen Computer übertragen, der sich außerhalb der Hochfrequenzabschirmkammer befindet. Hier wird das Spannungssignal zunächst wieder in eine Temperatur umgerechnet, die Differenz von Ist- und Sollwert der Temperatur wird der PID-Regelung übergeben. Diese berechnet den zur Regelung notwendigen Wert, der mit Hilfe der Glasfaserverbindung wieder ins Innere der Abschirmkammer übertragen wird und dort in ein Spannungssignal umgewandelt wird. Das Spannungssignal regelt eine rauscharme Stromquelle, die bis zu 600 mA durch die Spule des Entmagnetisierungskryostaten treiben kann. Das entspricht einem Magnetfeld von bis zu 100 mT und man kann damit den Temperaturbereich zwischen 21 mK und 50 mK erreichen.

Das Thermometer besitzt im Temperaturbereich zwischen 21 mK und 40 mK eine relative Empfindlichkeit von $d \log(R)/d \log(T) \simeq -1,5$. Dies ergibt zusammen mit der relativen Messgenauigkeit der Widerstandsmessbrücke von $1 \cdot 10^{-4}$ eine relative Temporaufauflösung von $\Delta T/T \simeq 0,6 \cdot 10^{-4}$. Während der Durchführung einer hochauflösenden Messung wird der Kryostat meist auf eine Temperatur von etwa 30 mK stabilisiert. Die Standartabweichung der Regelschwankungen besitzt dabei

⁹Hersteller: Pico-Watt Elektronik, Finnland.

¹⁰Abkürzung für Proportional Integral Differenzial-Regler.

typischerweise einen Wert von $\sigma(T) \simeq 2 \mu\text{K}$ (siehe auch denn noch folgenden Abschnitt 7.11). Eine Änderung der Arbeitstemperatur des Detektors bewirkt auch eine Veränderung seiner Sensitivität $S = \delta\Phi/\delta E$. Bei einer Arbeitstemperatur von 30 mK gilt für die Sensitivität der in dieser Arbeit diskutierten Detektoren in guter Näherung $d \log(S)/d \log(T) \simeq -1,0 \pm 0,1$. Die oben genannten Regelschwankungen der Temperatur werden somit zu einem zusätzlichen Beitrag zur Energieauflösung von $E_{\text{FWHM}}/E \simeq 1,6 \cdot 10^{-4}$ führen.

6. SQUID-Magnetometer

Die Magnetisierungsänderung im Sensormaterial nach der Absorption eines Röntgenquants lässt sich präzise mit Hilfe eines rauscharmen Magnetometers messen. Eines der zur Zeit empfindlichsten Messinstrumente für magnetischen Fluss ist ein so genanntes SQUID-Magnetometer¹. Dessen Verwendung stellt eine notwendige Voraussetzung für die Realisierung eines hochauflösenden Röntgendetektors dar.

6.1 dc-SQUID-Magnetometer

Führt man Experimente bei tiefen Temperaturen durch, so muss man besonders auf die physikalischen Eigenschaften der verwendeten Materialien achten. Die physikalischen Eigenschaften können sich unterhalb einer bestimmten Temperatur zum Teil stark verändern, wie es z.B. im Falle der Supraleitung geschieht. Hierbei bewegen sich paarweise gebundene Elektronen, die so genannten Cooper-Paare, widerstandslos durch einen elektrischen Leiter. In einem Supraleiter lässt sich der Zustand der Cooper-Paare durch eine gemeinsame Wellenfunktion beschreiben. Das hat z.B. zur Folge, dass der magnetische Fluss in einer supraleitenden, geschlossenen Schleife quantisiert ist und nur in ganzzahligen Vielfachen von dem elementaren Flussquant $\Phi_0 = h/2e = 2,07 \cdot 10^{-15}$ Vs auftreten kann [Lon50]. Ist eine supraleitende, geschlossene Schleife an einer oder mehreren Stellen durch so genannte Josephson-Kontakte unterbrochen, so kommt es zu dem so genannten Josephson-Effekt [Jos62a] [Jos62b]. Die Josephson-Kontakte bestehen aus dünnen, nichtleitenden Metalloxidschichten, welche von Cooper-Paaren bei kleinen Strömen ohne Verlust der Kohärenz durchtunnelt werden können. Eine ausführliche Diskussion des Josephson-Effekts findet man unter anderem in [Cla04].

Ein SQUID-Magnetometer ist ein supraleitendes Bauelement, das den Josephson-Effekt ausnutzt und mit dessen Hilfe man einen magnetischen Fluss in ein Spannungssignal umwandeln kann. In Abbildung 6.1(a) ist eine schematische Darstellung eines dc-SQUID-Magnetometers gezeigt. Es besteht aus einer supraleitenden Schleife, die an zwei Stellen durch Josephson-Kontakte unterbrochen ist. Die Josephson-Kontakte sind durch die beiden Kreuze symbolisiert. Ein äußerer magnetischer Fluss kann an diesen beiden Stellen in das Innere der geschlossenen supraleitenden Schleife eindringen. Die supraleitende Schleife wird von einem Biasstrom² durchflossen. Die Shunt-Widerstände³, welche parallel zu den Josephson-Kontakten angeordnet sind, dienen zur Unterdrückung von hysteretischem Verhalten. Der Spannungsabfall U_S über dem SQUID ist von dem Biasstrom I_b und dem eingeschlossenen Fluss Φ abhängig. In Ab-

¹Abkürzung für Superconducting Quantum Interference Device.

²Aus dem Englischen für Vor- oder Betriebsstrom.

³Aus dem Englischen für Nebenanschluss.

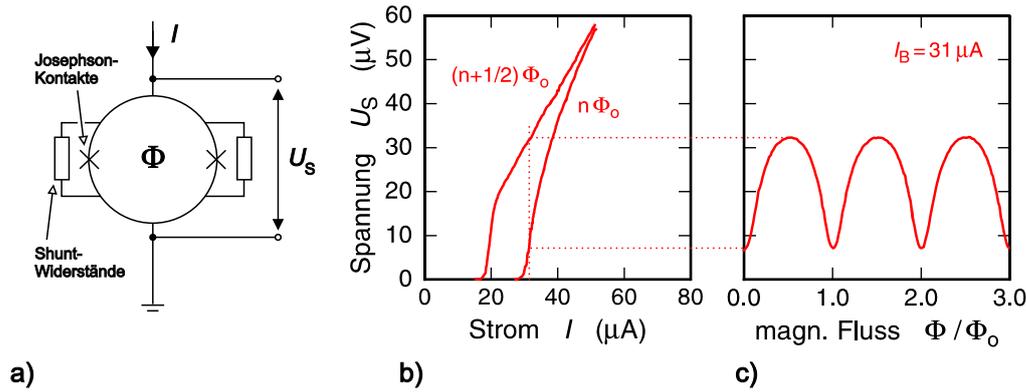


Abbildung 6.1: (a) Schematische Darstellung eines dc-SQUID-Magnetometers. (b) Spannungs-Strom-Kennlinien für den Fall, dass sich innerhalb der SQUID-Schleife ein Fluss von $n\Phi_0$ bzw. $(n+1/2)\Phi_0$ befindet. (c) Spannungs-Fluss-Kennlinie für den in (b) markierten konstanten Strom von $31\mu\text{A}$.

Abbildung 6.1(b) ist diese Abhängigkeit für die beiden Extremfälle dargestellt, dass sich $n\Phi_0$ bzw. $(n+1/2)\Phi_0$ innerhalb der SQUID-Schleife befinden. Bei sehr kleinen Strömen ist der Spannungsabfall über dem SQUID null, da die Cooper-Paare durch die Josephson-Kontakte hindurchtunneln können und ihr Zustand durch nur eine Wellenfunktion beschrieben werden kann. Überschreitet man den kritischen Strom I_c , so zeigt das SQUID ein ohmsches Verhalten, und es kommt zu einem messbaren Spannungsabfall über dem SQUID. In Abbildung 6.1(c) ist die Spannungs-Fluss-Kennlinie für den in Abbildung 6.1(b) markierten konstanten Strom von $31\mu\text{A}$ dargestellt. Die Spannung hängt periodisch vom magnetischen Fluss ab. Grund hierfür ist die Abhängigkeit der Phasenbeziehung der beiden makroskopischen Wellenfunktionen vor und nach den Josephson-Kontakten vom eingeschlossenen magnetischen Fluss.

Betrieben bei einem konstanten Biasstrom ist ein SQUID ein sehr empfindlicher Fluss-Spannungs-Wandler. Der nutzbare Arbeitsbereich ist zunächst jedoch sehr eingeschränkt, da es sich um einen nichtlinearen und nichtmonotonen Zusammenhang zwischen der Spannung und dem magnetischen Fluss handelt. Die Kennlinie eines SQUIDs ist nur in einem sehr kleinen Bereich von etwa $\delta\Phi \simeq \pm\Phi_0/4$ linear und damit für eine direkte Auslesung des Signals nutzbar. Es ist jedoch durch die Verwendung einer so genannten Flux-Locked-Loop-Schaltung⁴ möglich, die Kennlinie in einem größeren Flussbereich zu linearisieren. In Abbildung 6.2 ist eine schematische Darstellung einer solchen Flux-Locked-Loop-Schaltung zur Linearisierung der Spannungs-Fluss-Kennlinie eines dc-SQUIDs dargestellt. Die Grundidee dabei ist, den Fluss im SQUID auf einen Wert zu stabilisieren, an dem die Spannungs-Fluss-Kennlinie besonders steil ist. Dazu wird die SQUID-Schleife zusätzlich mit einer weiteren Leiterschleife umgeben, die es ermöglicht, eine z.B. vom Sensormaterial hervorgerufene Flussänderung in der SQUID-Schleife durch einen Rückkoppelfluss gleicher Größe und entgegengesetzter Polarität zu kompensieren. Die über dem SQUID ab-

⁴Aus dem Englischen für Flussrückkopplungsschleife.

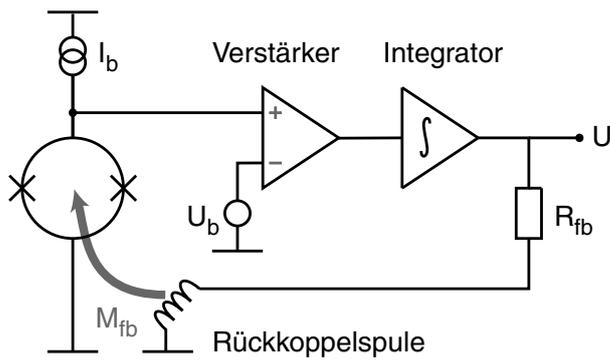


Abbildung 6.2: Schematische Darstellung einer Flux-Locked-Loop-Schaltung zur Linearisierung der Spannungs-Fluss-Kennlinie eines dc-SQUIDs.

fallende Spannung wird von einem rauscharmen Verstärker bei Zimmertemperatur ausgelesen und von einigen Mikrovolt auf einige Millivolt verstärkt. Ein Regler liefert einen zur ursprünglichen Flussänderung in der SQUID-Schleife proportionalen Strom, der durch die Rückkoppelspule fließt und dort die ursprüngliche magnetische Flussänderung wieder kompensiert. Wählt man als Referenzpotential U_b des Verstärkers gerade die am gewünschten Arbeitspunkt über dem SQUID abfallende Spannung, so kann die Funktion des Reglers von einem einfachen Spannungsintegrator übernommen werden. Als Ausgangssignal der Elektronik des Magnetometers dient die Ausgangsspannung U des Integrators, die proportional zum Kompensationsfluss $\Delta\Phi_{fb} = M_{fb}U/R_{fb}$ ist. Die Größe M_{fb} steht hierbei für die Gegeninduktivität zwischen Rückkoppelspule und SQUID, der Widerstand R_{fb} legt den Zusammenhang zwischen der Ausgangsspannung U und dem Strom fest, der durch die Rückkoppelspule fließt.

In Abbildung 6.3 ist eine mikroskopische Aufnahme eines SQUIDs vom Typ KSUP-10-50 in zwei Vergrößerungen gezeigt. Das SQUID wurde von M.B. Ketchen (IBM) hergestellt und unter anderem im Rahmen dieser Arbeit verwendet. Die rechteckigen Flächen (linke Aufnahme) am oberen und unteren Rand dienen zur elektrischen Kontaktierung mit Hilfe von ultraschall-geschweißten Aluminiumdrähten. Auf

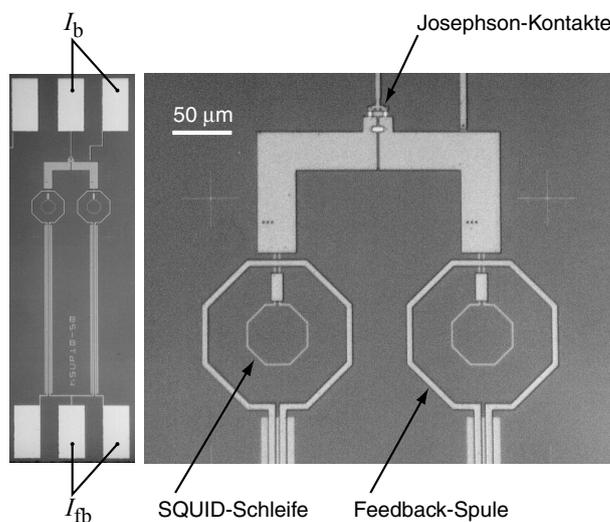


Abbildung 6.3: Mikroskopische Aufnahme eines SQUIDs vom Typ KSUP-10-50 in zwei Vergrößerungen. Die rechteckigen Flächen (linke Aufnahme) dienen der elektrischen Kontaktierung mit Hilfe von ultraschall-geschweißten Aluminiumdrähten. Auf der rechten Ausschnittsvergrößerung sind die beiden gradiometrisch verschalteten SQUID-Schleifen sowie die Feedback-Spulen zu erkennen.

der rechten Ausschnittsvergrößerung sind die beiden gradiometrisch verschalteten SQUID-Schleifen sowie die Rückkopplungsspulen zu erkennen. Die SQUID-Schleife besitzt einen Durchmesser von $50 \mu\text{m}$, die gradiometrische Anordnung reduziert die Empfindlichkeit gegenüber äußeren magnetischen Störungen. Im oberen Bereich der Abbildung befinden sich die Josephson-Kontakte. Bei den in dieser Arbeit durchgeführten Experimenten zur Realisierung eines magnetischen Kalorimeters wurde innerhalb einer der beiden SQUID-Schleifen ein Au:Er-Sensor positioniert. Die Änderung des magnetischen Flusses im Sensormaterial bei der Absorption eines Röntgenquants kann mit Hilfe dieser Anordnung mit hoher Präzision gemessen werden.

6.2 Zwei-stufiges dc-SQUID-Magnetometer

Durch den Gebrauch eines zweiten SQUIDs ist es möglich, die vom ursprünglichen SQUID erzeugten Spannungen zunächst schon bei tiefen Temperaturen zu verstärken und sie erst dann der Elektronik bei Zimmertemperatur zuzuführen. Dadurch verbessert sich das Signal-zu-Rauschen-Verhältnis erheblich. Eine schematische Darstellung eines zwei-stufigen SQUID-Aufbaus und seine elektrische Schaltung ist in Abbildung 6.4 gezeigt.

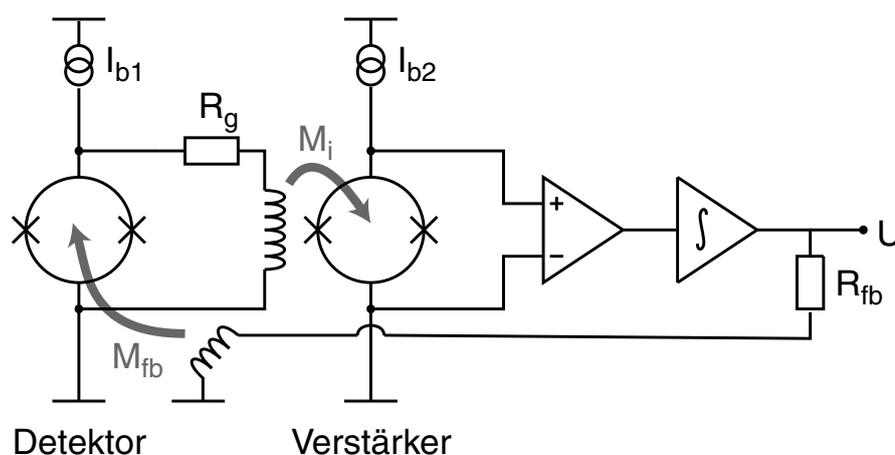


Abbildung 6.4: Schematische Darstellung der elektrischen Schaltung eines zwei-stufigen SQUID-Aufbaus.

Der Aufbau besteht aus zwei SQUID-Magnetometern, dem so genannten Detektor-SQUID und dem Verstärker-SQUID. Diese werden bei den konstanten Bias-Strömen I_{b1} und I_{b2} betrieben. Das Verstärker-SQUID ist als Stromsensor ausgelegt und besitzt eine Eingangsschleife, mit deren Hilfe der zu messende Strom δI als magnetischer Fluss $\delta\Phi_2 = M_i\delta I$ in das Verstärker-SQUID eingekoppelt werden kann. Das in dieser Arbeit verwendete Stromsensor-SQUID⁵ hat eine Eingangskopplung von $1/M_i = 0,9 \mu\text{A}/\Phi_0$. Mit Hilfe des Widerstands R_g und der Gegeninduktivität M_i

⁵Stromsensor-SQUID vom Typ 'CC-Blue' von der Firma Supracon AG, Jena.

kann die Fluss-zu-Fluss-Verstärkung zwischen den beiden SQUID-Magnetometern eingestellt werden.

Eine Flussänderung im Detektor-SQUID führt zu einer Änderung der Spannung, die über dem Detektor-SQUID abfällt. Dadurch verändert sich auch der Strom, der über den Widerstand R_g fließt. Die Stromänderung führt zu einer Flussänderung in der Einkoppelspule des Verstärker-SQUIDs. Das Spannungssignal, das über dem Verstärker-SQUID abfällt, wird von einem Verstärker bei Zimmertemperatur weiter verstärkt. Die Regelung kompensiert daraufhin den Fluss im Detektor-SQUID. Die über dem Widerstand R_{fb} abfallende Spannung U ist direkt proportional zur ursprünglichen Flussänderung im Detektor-SQUID.

6.3 Magnetisches Flussrauschen eines zwei-stufigen dc-SQUID-Magnetometers

Das scheinbare Rauschen des magnetischen Flusses im Detektor-SQUID setzt sich aus mehreren Beiträgen zusammen, die im Folgenden für den in dieser Arbeit verwendeten zwei-stufigen SQUID-Aufbau näher ausgeführt werden sollen. Betrachten wir zunächst das Flussrauschen des Verstärker-SQUIDs. In Abbildung 6.5 ist die spektrale Dichte des magnetischen Flussrauschens des Verstärker-SQUIDs dargestellt. Das Verstärker-SQUID befindet sich in gutem thermischen Kontakt mit dem Heliumbad bei einer Temperatur von $T \simeq 1,5$ K. Das frequenzunabhängige weiße Rauschen besitzt einen gemessenen Wert von etwa $\sqrt{S_{\Phi_2}} \simeq 2,4 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$.

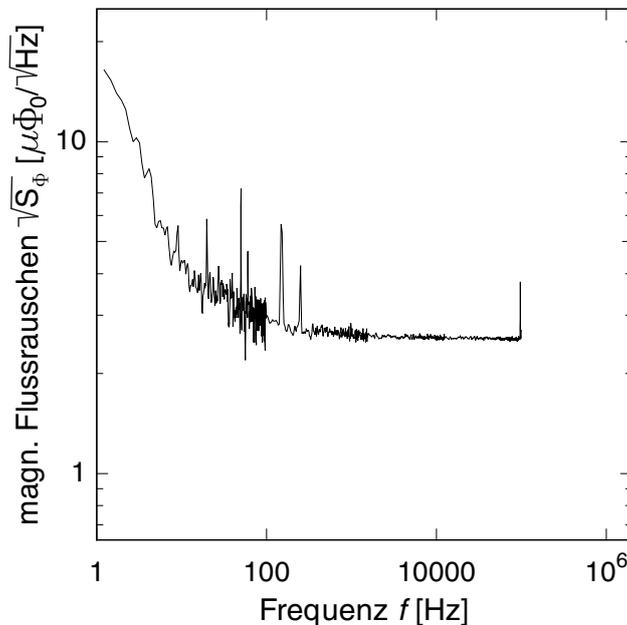


Abbildung 6.5: Spektrale Dichte des magnetischen Flussrauschens des Verstärker-SQUIDs bei einer Temperatur von $T = 1,5$ K.

Das Verstärker-SQUID besitzt ein intrinsisches Flussrauschen von etwa $1,6 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$. Die Steigung der Kennlinie am Arbeitspunkt beträgt $266 \mu\text{V}/\Phi_0$. Damit trägt das

Eingangsspannungsrauschen der Rückkoppel­elektronik ($0,33 \text{ nV}/\sqrt{\text{Hz}}$ [Ouk02]) mit einem Anteil von $1,3 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$ zum scheinbaren Rauschen des Verstärker-SQUIDs bei. Einen weiteren Beitrag zum Flussrauschen liefert das Stromrauschen in der Einkoppelspule des Verstärker-SQUIDs. Dieses geht auf den Widerstand R_g und den dynamischen Widerstand R_{dyn} des Detektor-SQUIDs zurück. Das magnetische Flussrauschen ist durch den Ausdruck $\sqrt{S_\Phi} = M_i \sqrt{4k_B T R_g / (R_g + R_{\text{dyn}})}$ gegeben. Da das Rauschen zu tiefen Temperaturen hin proportional zu \sqrt{T} abnimmt, wurde der Widerstand auf der Experimentierplattform des ADR-Kryostaten, die in gutem thermischen Kontakt mit der FAA-Salzpille ist, bei einer Temperatur von $T \simeq 23 \text{ mK}$ platziert. Der Widerstand R_g hat einen Wert von $14,5 \Omega$, der dynamische Widerstand R_{dyn} kann mit etwa 10Ω abgeschätzt werden. Daraus ergibt sich ein Beitrag zum Flussrauschen von etwa $0,36 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$. Es ist jedoch anzunehmen, dass die Temperatur der Leitungselektronen des Widerstandes R_g auf Grund der schwachen Elektron-Phonon-Kopplung und des Kapitza-Widerstands nicht die Temperatur des Wärmebads erreicht und deshalb ihr Beitrag zum Flussrauschen leicht erhöht ist. Zusammen ergeben die drei statistisch unabhängigen Rauschbeiträge den Wert $\sqrt{S_{\Phi_2}} \simeq 2,1 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$, der gut mit dem in Messungen beobachteten Wert von $\sqrt{S_{\Phi_2}} \simeq 2,4 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$ übereinstimmt.

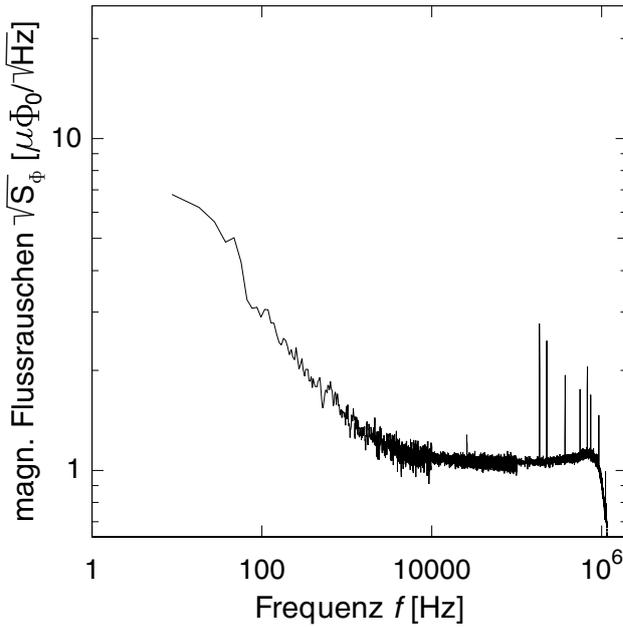


Abbildung 6.6: Spektrale Dichte des magnetischen Flussrauschens des Detektor-SQUIDs bei einer Temperatur von $T = 24 \text{ mK}$.

Betrachten wir nun das magnetische Flussrauschen des Detektor-SQUIDs, das in Abbildung 6.6 dargestellt ist. In dem durchgeführten Experiment, bei dem sich das Detektor-SQUID auf einer Temperatur von $T = 24 \text{ mK}$ befindet, ergibt sich für die spektrale Dichte des magnetischen Flussrauschens ein gemessener Wert von $\sqrt{S_{\Phi_1}} \simeq 1,1 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$. In weiteren Messungen wurde ein Wert von bis zu $\sqrt{S_{\Phi_1}} \simeq 0,9 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$ gefunden. Der Wert des magnetischen Flussrauschens setzt sich aus dem intrinsischen Anteil und dem durch die Fluss-zu-Fluss-Verstärkung reduzierten Flussrauschen des Verstärker-SQUIDs zusammen. Für den Beitrag des Verstärker-

SQUIDs erhält man einen Wert von $\sqrt{S_{\Phi_2}}/G_{\Phi} \simeq 0,80 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$. Das intrinsische Flussrauschen des Detektor-SQUIDs beträgt deshalb $\sqrt{S_{\Phi}} \simeq 0,45 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$.

Der verhältnismäßig große Anteil des Verstärker-SQUIDs am Rauschen des Detektor-SQUIDs könnte in zukünftigen Messungen durch den Einsatz von einem so genannten Series-Array-dc-SQUID erheblich reduziert werden. Statt eines einzelnen SQUIDs verwendet man hierbei eine Serienschaltung von N baugleichen SQUID-Magnetometern, in die über eine Einkoppelspule der zu messende magnetische Fluss eingekoppelt wird. Das Messsignal nimmt proportional zur Anzahl N zu, dagegen addiert sich das Rauschen inkohärent und wächst nur wie \sqrt{N} . Sowohl der Einfluss des Eingangsspannungsrauschens der Elektronik als auch das intrinsische Flussrauschen des SQUIDs kann auf diese Weise stark verringert werden. Die Entwicklung von Series-Array-dc-SQUID-Magnetometern finden sowohl am IPHT-Jena als auch an der PTB⁶ in Berlin statt. Erste Messungen und der Einsatz in zwei-stufigen SQUID-Aufbauten zeigen viel versprechende Ergebnisse, die darauf schließen lassen, dass sich das magnetische Flussrauschen weiter verringern lässt.

⁶Abkürzung für Physikalisch Technische Bundesanstalt.

7. Experimentelle Entwicklungen eines hochauflösenden magnetischen Kalorimeters

Im Rahmen der hier vorliegenden Arbeit wurden Experimente mit verschiedenen magnetischen Kalorimetern durchgeführt. Dabei wurden neben der Optimierung und der Steigerung der Energieauflösung für einen hochauflösenden Röntgendetektor auch ein magnetisches Kalorimeter mit einer mäanderförmigen Detektionsspule eingesetzt. Der mäanderförmige Detektor besitzt ein integriertes dc-SQUID und wurde unter anderem zur Messung der Röntgenstrahlung einer Fluoreszenz-Quelle benutzt. Ebenfalls wurden neu entwickelte SQUID-Magnetometer mit integrierter Feldspule im Rahmen eines BMBF-Projektes¹ entwickelt, getestet und für die Röntgendetektion in einem Pulsröhrenkühler verwendet. In dem nun folgenden Kapitel soll im Besonderen auf den hochauflösenden Röntgendetektor eingegangen werden, seine gemessenen Eigenschaften mit den theoretischen Vorhersagen verglichen und die experimentellen Ergebnisse gezeigt werden.

7.1 Experimenteller Aufbau

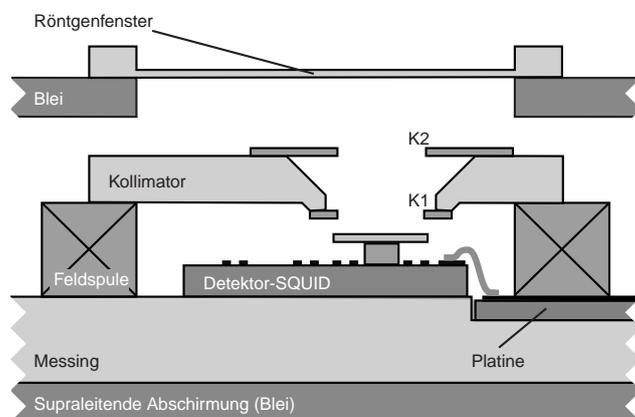


Abbildung 7.1: Schematisches Schnittbild des experimentellen Aufbaus des magnetischen Kalorimeters.

In Abbildung 7.1 ist ein schematisches Schnittbild des experimentellen Aufbaus des magnetischen Kalorimeters dargestellt. Der Sensor, bestehend aus Au:Er mit einer Konzentration von 600 ppm, befindet sich innerhalb der Leiterschleife des planaren, gradiometrischen SQUIDs vom Typ KSUP-10-50 (siehe auch Abbildung 6.3) und ist mit Hilfe von Epoxidharz² fest auf dem SQUID-Chip fixiert. Der Sensor ist mittels einer Ultraschall-Schweißverbindung mit dem quadratischen Absorber aus Gold³

¹Abkürzung für Bundesministerium für Bildung und Forschung.

²Stycast 1266, Hersteller: Emerson and Cuming, 46 Manning Road, Billerica MA, USA.

³Hersteller: W.C. Haereus GmbH, Hanau. Die Reinheit wird vom Hersteller mit 99,999 % angegeben.

verbunden, der die Maße $180\ \mu\text{m} \times 180\ \mu\text{m}$ und eine Höhe von $5\ \mu\text{m}$ besitzt. Das Detektor-SQUID ist mit Hilfe von Epoxidharz auf einen Messinghalter geklebt, der über eine Schraubverbindung in gutem thermischen Kontakt mit der Experimentierplattform der FAA-Salzpille steht.

In die Oberseite des Messinghalters ist eine Leiterplatte (Platine) eingelassen. Auf deren Oberfläche befinden sich mehrere Leiterbahnen aus Kupfer, die in der unmittelbaren Nähe des SQUID-Chips verlaufen. Mit Hilfe von dünnen Aluminiumdrähten (Durchmesser: $25\ \mu\text{m}$) sind die Niobstrukturen auf dem SQUID-Chip und die Kupferbahnen miteinander verbunden. Dazu werden die Enden der Aluminium-Drähte durch Ultraschallpulse auf die jeweiligen Kontaktflächen geschweißt.

Die Erzeugung des für den Betrieb des magnetischen Kalorimeters notwendigen Magnetfeldes geschieht mit Hilfe einer Feldspule aus supraleitenden NbTi/CuNi-Draht. Diese befindet sich auf dem Messinghalter und erzeugt am Ort des Sensors ein annähernd homogenes Magnetfeld. Die Feldspule besteht aus einem geschlossenen supraleitenden Kreis. Über einen Wärmeschalter ist es möglich, einen konstanten Dauerstrom in den supraleitenden Kreis einzuprägen (siehe auch Abschnitt 7.2).

Damit die zu messenden Röntgenquanten nur auf den Absorber und nicht auf die Oberfläche des SQUID-Chips treffen, wurde der Strahlengang durch eine Reihe von Kollimatoren eingegrenzt. Die beiden Kollimatoren (K1, K2) sind aus $10\ \mu\text{m}$ dicker Goldfolie gefertigt und an einem Messingring befestigt. Würde ein Röntgenquant in der Nähe des Sensors im Silizium-Substrat des SQUID-Chips absorbiert werden, so würde ein Teil der Energie über die Klebeverbindung in den Sensor gelangen und dort ein Signal erzeugen. Die Anstiegszeit des Signals wäre auf Grund der Klebeverbindung länger als bei einem im metallischen Absorber absorbierten Röntgenquant und die Signalhöhe wäre viel kleiner. Vor allem bei hohen Zählraten würde es zu einer Erhöhung der Temperatur des Silizium-Substrates kommen und damit zu einer Erhöhung der Sensortemperatur. Ebenfalls würden die im Silizium-Substrat absorbierten Röntgenquanten zu zusätzlichen thermischen Fluktuationen im Sensor führen.

Der gesamte Aufbau ist von einer Abschirmung aus supraleitendem Blei umgeben. Zum einen verhindert das Blei, dass ungewollte Röntgenstrahlung, wie z.B. natürliche Radioaktivität, von außerhalb auf Teile des Aufbaus trifft. Zum anderen schirmt das supraleitende Blei zeitlich variierende Magnetfelder, wie z.B. das Magnetfeld des Entmagnetisierungskryostaten, effektiv ab.

Damit keine Infrarot-Photonen auf den Absorber treffen können, befindet sich des Weiteren ein Röntgenfenster im Strahlengang des experimentellen Aufbaus. Das Röntgenfenster besteht aus einer sehr dünnen Schicht aus Aluminium. Die Dicke beträgt $250\ \text{Å}$. Das Aluminium ist auf einer $1000\ \text{Å}$ dicken Schicht aus Parylen aufgebracht und befindet sich aus Stabilitätsgründen zusätzlich auf einer Gitterstruktur aus Kupfer. Bei der Absorption von Infrarot-Photonen käme es zu Temperaturfluktuationen im Detektor, so dass die Energieauflösung des Detektors zusätzlich verschlechtert werden würde. Das 4K-Strahlungsschild, das den inneren Aufbau mit der Experimentierplattform der FAA-Salzpille umgibt, stellt dabei mit seiner Strahlungslast auf

den Detektor eigentlich noch kein Problem dar. Jedoch besteht die Möglichkeit, dass Infrarot-Photonen vom 70 K-Strahlungsschild durch Löcher im 4 K-Strahlungsschild direkt auf den Detektor gelangen können.

7.2 Leitungsführung

In Abbildung 7.2 ist eine schematische Darstellung der Leitungsführung für das hier diskutierte zwei-stufige SQUID-Magnetometer gezeigt. Der Aufbau lässt sich zunächst in drei Temperaturbereiche aufteilen. Die Durchführungen in das Isolationsvakuum, an denen die Rückkoppel Elektronik angeschlossen werden kann, befinden sich auf der Oberseite des Kryostaten auf Raumtemperatur. Ebenfalls existieren Anschlüsse für den Feldstrom und den Heizstrom des Wärmeschalters. Die elektrischen Leitungen bestehen aus miteinander verdrehten Kupferleitungen, die sich im Inneren von dünnwandigen Edelstahlkapillaren befinden. Diese verlaufen durch das Isolationsvakuum des Kryostaten bis zur Bodenplatte des Heliumgefäßes, welches sich durch Abpumpen des Helium-Gases auf einer Temperatur von $T \simeq 2\text{ K}$ befindet. Da Kupfer eine recht hohe Wärmeleitfähigkeit besitzt, werden die Drähte bei drei Temperaturen (77 K, 20 K und 2 K) thermisch abgefangen. Die Kapillaren sind durch kleine Kupfergehäuse unterbrochen, an deren Innenwände die Drähte mit Hilfe eines geeigneten Lackes (GE-7031) angeklebt sind.

Die hellgrau unterlegten Bereiche der Skizze stellen Leiterplatten mit Leiterbahnen aus Kupfer dar. Sie dienen zum Anschluss der Einzelkomponenten und zur besseren Thermalisierung der Aufbauten. Die Leiterplatten sind zum Teil von metallischen Abschirmungen umgeben. Im Fall der beiden SQUID-Aufbauten besteht die Abschirmung aus Blei, das in dem betrachteten Temperaturbereich supraleitend ist und damit äußere Magnetfelder wirksam abschirmen kann. Die beiden SQUID-Magnetometer sind durch dunkelgraue Bereiche markiert. Das Verstärker-SQUID wird über eine Drei-Draht-Messung ($\pm U_{\text{SQUID2}}, I_{\text{Rueck}}$) ausgelesen, um den Spannungsabfall über den Zuleitungen zu kompensieren. Der SQUID-Chip kann mit Hilfe eines Strompulses (I_{Heizer}) durch einen mikrostrukturierten Widerstand auf der Chip-Oberfläche geheizt werden, um eventuell vorhandene Flussschläuche aus den supraleitenden Strukturen zu entfernen.

Der Biasstrom I_{Bias1} des Detektor-SQUIDs verläuft zunächst durch einen Tiefpass, der aus zwei $100\text{ k}\Omega$ Widerständen und einem $1\text{ }\mu\text{F}$ Kondensator besteht, und eine Abschneidefrequenz von etwa $1,6\text{ Hz}$ besitzt. Auf der Platine des Verstärker-SQUIDs wird der Biasstrom I_{Bias1} in zwei Wege aufgeteilt. Der eine geht durch das Detektor-SQUID, der andere durch die Einkoppelpule des Verstärker-SQUIDs und durch die Widerstände R_{g1} und R_{g2} . Dabei befindet sich der Anteil R_{g1} des Widerstands $R_{\text{g}} = R_{\text{g1}} + R_{\text{g2}}$ bei tiefen Temperaturen. Damit kann das durch die Widerstände erzeugte thermische Stromrauschen in der Einkoppelpule des Verstärker-SQUIDs minimiert werden. Für die Widerstände wird meistens $R_{\text{g1}} > R_{\text{g2}}$ gewählt. Im hier durchgeführten Experiment wurde der gesamte Widerstand auf der kälteren Tempe-

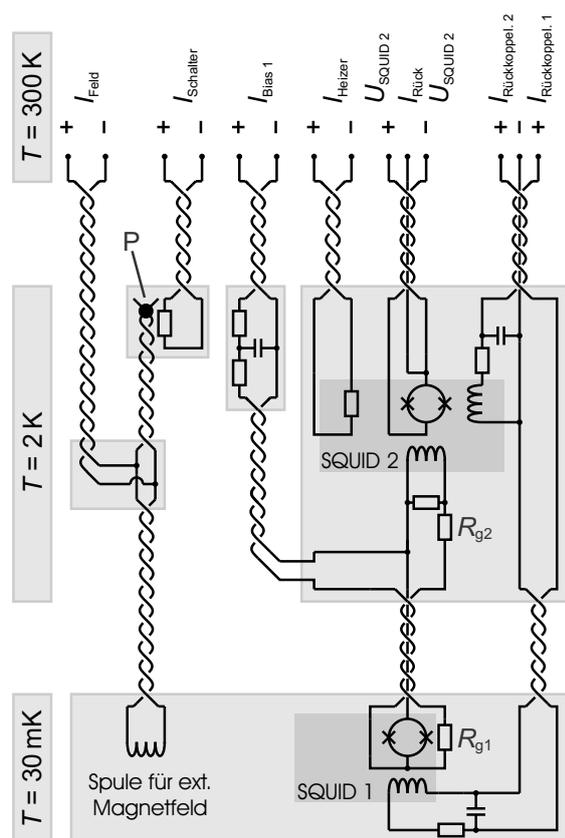


Abbildung 7.2: Schematische Darstellung der Leitungsführung eines zwei-stufigen SQUID-Magnetometers.

ratur angebracht, damit sein Beitrag zum Rauschen minimiert werden konnte. Der Wert des Widerstandes R_{g1} beträgt $14,5\ \Omega$.

Die Leitungen zwischen den beiden SQUID-Magnetometer bestehen aus NbTi/CuNi-Draht⁴ mit einem Durchmesser von $50\ \mu\text{m}$. Die Legierungen Niob-Titan (supraleitend) und Kupfer-Nickel (normalleitend) besitzen im betrachteten Temperaturbereich eine recht geringe Wärmeleitfähigkeit. Die Leitungen werden zunächst auf dem Kupferarm der GGG-Salzpille thermisch abgefangen und erst dann auf die Experimentierplattform der FAA-Salzpille geführt. Dieses führt nur zu einem sehr kleinen Wärmefluss von $\dot{Q} < 0,1\ \text{nW}$ auf die Experimentierplattform.

Des Weiteren sind in Abbildung 7.2 die Leitungen der Feldspule zur Erzeugung des externen Magnetfeldes dargestellt. Die Feldspule besteht aus einem supraleitenden Spulendraht (NbTi-CuNi, $50\ \mu\text{m}$), ihre in sich verdrehten Anschlussleitungen verlaufen von der Experimentierplattform ($T = 30\ \text{mK}$) auf die Bodenplatte des Heliumgefäßes ($T \simeq 2\ \text{K}$). Dort sind die supraleitenden NbTi-Filamente der beiden Drahtenden über eine Punktschweißverbindung (P) miteinander verbunden. Die Feldspule ist somit Teil eines supraleitenden Kreises, in dem ein Dauerstrom fließen kann. Dieser Strom kann über die Leitungen I_{Feld} eingespeist werden, während ein Teil des supraleitenden Kreises mit Hilfe eines Heizstrompulses (I_{Schalter}) über die

⁴Die supraleitenden Niob-Titan-Filamente sind in eine Matrix aus Kupfer-Nickel eingebettet, um das Lötten des Drahtes zu ermöglichen.

Sprungtemperatur des Drahtes geheizt wird. Der auf diese Weise erzeugte Dauerstrom bleibt auch nach dem Abschalten des Stroms I_{Feld} erhalten und erzeugt ein zeitlich konstantes und rauscharmes Magnetfeld.

7.3 Signalverarbeitung

Die Messung der Magnetisierungsänderung bei der Absorption eines Röntgenquants erfolgt durch ein sehr empfindliches SQUID-Magnetometer. Die Ausleseelektronik liefert ein Spannungssignal, das proportional zum magnetischen Fluss innerhalb der Leiterschleife des SQUID-Magnetometers ist (siehe auch Kapitel 6). Das Signal wird durch einen analogen Tiefpassfilter mit $f_g = 10$ kHz (12 dB) geschickt, so dass die Nyquist-Bedingung ($f_g < f_{\text{sample}}/2$) erfüllt ist. Auf einen analogen Hochpassfilter wird an dieser Stelle bewusst verzichtet, da der Spannungswert des Magnetisierungssignals für eine spätere Korrektur der Sensortemperatur benutzt werden kann (siehe auch Abschnitt 7.11). Die Spannungssignale werden mit einer Auflösung von 12 bit digitalisiert und von einem geeigneten Computerprogramm aufgezeichnet. Zusätzlich zu den pulsartigen Signalen, die bei der Absorption eines Röntgenquants entstehen, werden auch Zeitfenster aufgezeichnet, die keine Ereignisse enthalten. Diese werden im Folgenden auch Ruhesignale genannt. Sie ermöglichen die Analyse des im Messsignal enthaltenen Rauschens.

Um die maximale Information aus den aufgezeichneten Detektorsignalen zu erhalten, verwendet man einen Algorithmus, der auf der Idee des optimalen Filterns basiert. Da die spektrale Leistungsdichte des Rauschens frequenzabhängig ist, führt das einfache Mitteln im Zeitraum nicht zu der bestmöglichen Energieauflösung. Der Algorithmus wurde bereits in früheren Arbeiten über magnetische Kalorimeter ausführlich diskutiert [Fle03] [Dan01]. An dieser Stelle soll der Algorithmus in Bezug auf seine Bedeutung für die in dieser Arbeit erzielte Energieauflösung kurz erläutert werden.

Zunächst wird über eine Reihe von Detektorsignalen gemittelt und damit ein sogenannter Musterpuls erzeugt. Durch eine geeignete Normierung und eine (diskrete) Fouriertransformation lassen sich daraus die Fourierkomponenten $\tilde{p}_i = \tilde{p}(f)\Delta f$ der Punktantwortfunktion des Detektors ermitteln. Die spektrale Dichte des Rauschens $n_i = S_\Phi \Delta f$ wird aus den aufgezeichneten Ruhesignalen durch Fouriertransformation und eine anschließende Mittelung gewonnen. Aus den beiden Größen kann die Filterfunktion

$$\tilde{g}_i = \left(\sum_i \frac{|\tilde{p}_i|^2}{\tilde{n}_i^2} \right)^{-1} \frac{|\tilde{p}_i|^2}{\tilde{n}_i^2} \frac{\tilde{p}_i^*}{|\tilde{p}_i|^2} \quad (7.1)$$

gewonnen werden. Der Filterfunktion kommt eine besondere Bedeutung beim optimalen Filtern zu, da sie denjenigen Fourierkomponenten das stärkste Gewicht gibt, für die das Signal-zu-Rauschen-Verhältnis besonders groß ist.

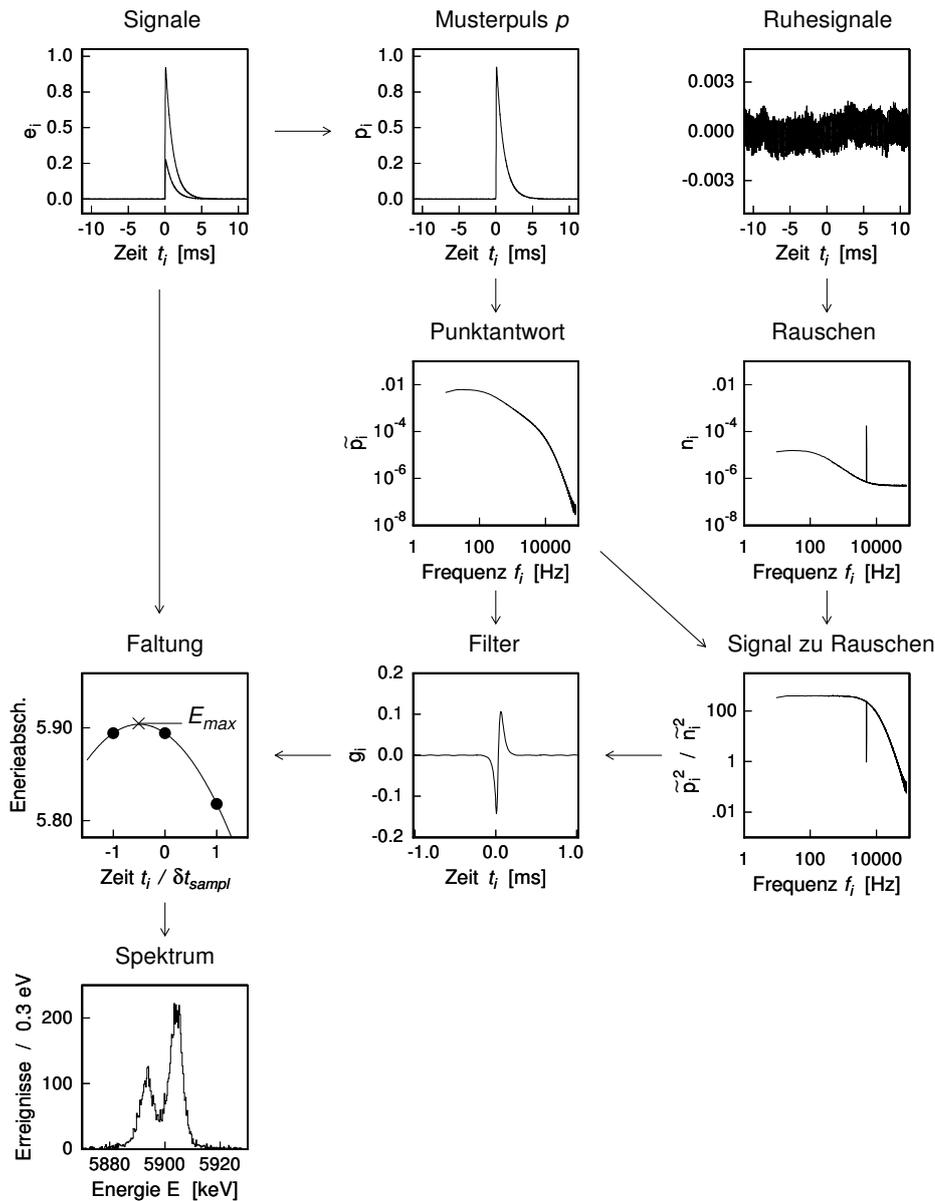


Abbildung 7.3: Schematisches Flussdiagramm des Auswertalgorithmus zur Datenanalyse der aufgezeichneten Signale. Dieser basiert auf der Idee des optimalen Filters.

Sind die Fourierkomponenten eines Einzelsignals durch die Größe \tilde{e}_i gegeben, so kann den einzelnen, verrauschten Detektorsignalen nun jeweils eine Energie E zugewiesen werden. Damit ergibt sich für die Energie eines Einzelsignals $E = \sum_i \text{Re}(\tilde{g}_i \tilde{e}_i)$. Die Summanden in der Gleichung entsprechen dabei den einzelnen Energieabschätzungen $E_i = \text{Re}(\tilde{p}_i^* \tilde{e}_i) / \tilde{p}_i^* \tilde{p}_i$, die mit dem Signal-zu-Rauschen-Verhältnis $\tilde{p}_i^* \tilde{p}_i / \tilde{n}_i^2$ gewichtet wurden.

Die Filterfunktion \tilde{g}_i lässt sich in den Zeitraum zurücktransformieren und man

erhält für die Energieabschätzung eines einzelnen Signals

$$E = \sum_i g_i e_i . \quad (7.2)$$

Die Energie eines einzelnen Detektorsignals ist durch den Maximalwert des gefilterten Signals gegeben, welcher sich aus der Faltung des Signals $e(t)$ und der Filterfunktion $g(t)$ ergibt. Der Maximalwert befindet sich im Idealfall am Zeitpunkt $t = 0$. Auf Grund der endlichen Sampling-Rate gibt es jedoch nur zeitlich diskrete Werte des Signals $e(t)$. Deshalb ist es notwendig, die drei größten Energieabschätzungen für die Zeitpunkte $t = -\delta t_{\text{sampl}}$, 0 und $+\delta t_{\text{sampl}}$ zu ermitteln. Diese können dann durch eine Parabel eindeutig verbunden werden. Der Scheitelpunkt der Parabel entspricht der wahren Energie des detektierten Röntgenquants.

Die Auswerteprozedur wird auf alle aufgezeichneten Detektorsignale angewandt. Die ermittelten Energiewerte werden anschließend in einem Histogramm dargestellt, dieses entspricht dem gemessenen Energiespektrum der detektierten Röntgenquanten.

7.4 Röntgenquelle

Für die Charakterisierung der Eigenschaften des im Rahmen dieser Arbeit verwendeten Detektors wurde eine gekapselte ^{55}Fe -Quelle⁵ mit einer Aktivität von etwa 1 mCi verwendet. Das ^{55}Fe besitzt eine Halbwertszeit von 2,73 Jahren und zerfällt über einen Elektronen-Einfang-Prozess in ^{55}Mn . Durch den Einfang eines inneren Hüllenelektrons wird ein Proton in ein Neutron umgewandelt. Das dabei entstehende Elektronenneutrino trägt fast immer die bei dem Zerfall entstehende Energie von 231,6 keV. Nur mit einer geringen Wahrscheinlichkeit von $1,26 \cdot 10^{-7}$ geht der Kern in einen angeregten Zustand über und emittiert anschließend ein γ -Quant mit einer Energie von 125,95 keV. In etwa 90 % der Einfang-Prozesse stammt das beteiligte Elektron aus der K-Schale. Das dabei entstehende Loch wird von einem Elektron aus einer energetisch höherliegenden Schale der Elektronenhülle des Mangan-Ions gefüllt. Die frei werdende Energie wird in Form eines Röntgenquants emittiert, es ergeben sich eine Reihe von charakteristischen Linien. Die Röntgenlinie mit der größten Intensität wird K_α -Linie genannt. Sie entspricht dem Übergang eines Elektrons von der L-Schale auf die K-Schale und besitzt eine Energie von etwa 5,9 keV. Der Übergang eines Elektrons von der M-Schale auf die K-Schale ist etwa neun mal seltener, die daraus resultierende K_β -Linie besitzt eine Energie von etwa 6,5 keV.

Als Folge des anfänglichen Übergangs entsteht eine ganze Kaskade von Übergängen, bei denen das jeweils neu entstandene Loch von einem Elektron einer energetisch höherliegenden Schale gefüllt wird. Neben den emittierten Röntgenquanten können auch Auger-Elektronen erzeugt werden, die die Elektronenhülle verlassen können.

⁵Hersteller: Amersham, AEA Technology, QSA GmbH, Braunschweig.

Die Auger-Elektronen und die niederenergetischen Röntgenquanten können jedoch in den in dieser Arbeit diskutierten Messungen nicht beobachtet werden, da sie von der Kapselung der radioaktiven Quelle sehr effektiv absorbiert werden.

7.5 Magnetisierungsmessung

Zur Charakterisierung der Eigenschaften des Detektors und um einen Vergleich mit den in Abschnitt 4.3 durchgeführten Simulationen in Bezug auf die zu erwartende temperaturabhängige Magnetisierung des Sensormaterials anstellen zu können, wurde für den oben beschriebenen Detektoraufbau eine Messung der Gleichfeld-Magnetisierung durchgeführt. Der Sensor besitzt eine Konzentration von 600 ppm, einen Radius von $25\ \mu\text{m}$ und eine Höhe von $8\ \mu\text{m}$. Er befindet sich in einem homogenen Magnetfeld. Die Magnetsierung wird mit Hilfe der Flussänderung im SQUID gemessen, welche proportional zur Magnetisierung des Sensors ist. Der Radius der SQUID-Schleife⁶ ist gleich dem Sensorradius. Zur Messung der Temperaturabhängigkeit der Magnetsierung des Sensormaterials wird die Temperatur des Kryostaten von etwa 200 mK auf etwa 35 mK verändert. Die Änderung der Temperatur wurde dabei langsam genug durchgeführt, dass sich alle Komponenten im thermischen Gleichgewicht befinden.

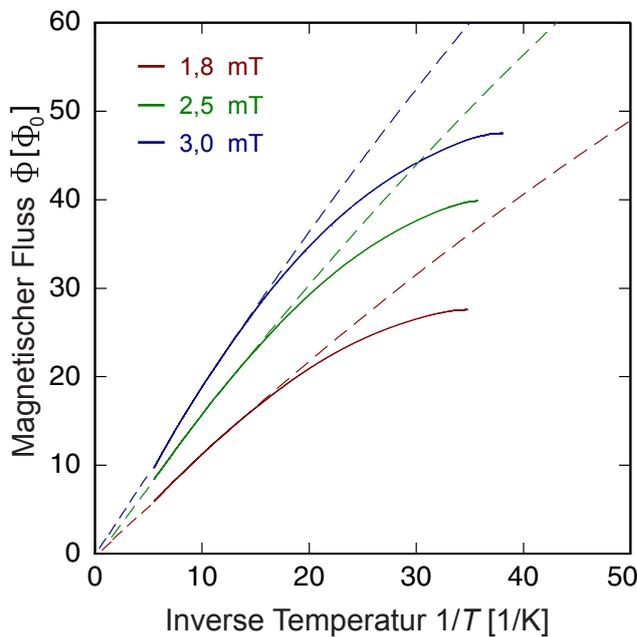


Abbildung 7.4: Gemessenes Magnetisierungssignal Φ in Abhängigkeit von der inversen Temperatur $1/T$ für drei unterschiedliche Magnetfelder. Ebenfalls sind theoretische Vorhersagen in Form von gestrichelten Linien eingezeichnet.

In Abbildung 7.4 ist das gemessene Magnetisierungssignal Φ in Abhängigkeit von der inversen Temperatur $1/T$ für drei unterschiedliche Magnetfelder dargestellt. Ebenfalls sind theoretische Vorhersagen in Form von gestrichelten Linien eingezeichnet.

⁶In Wirklichkeit ist die SQUID-Schleife nicht kreisförmig, sondern auf Grund des lithographischen Herstellungsprozesses achteckig.

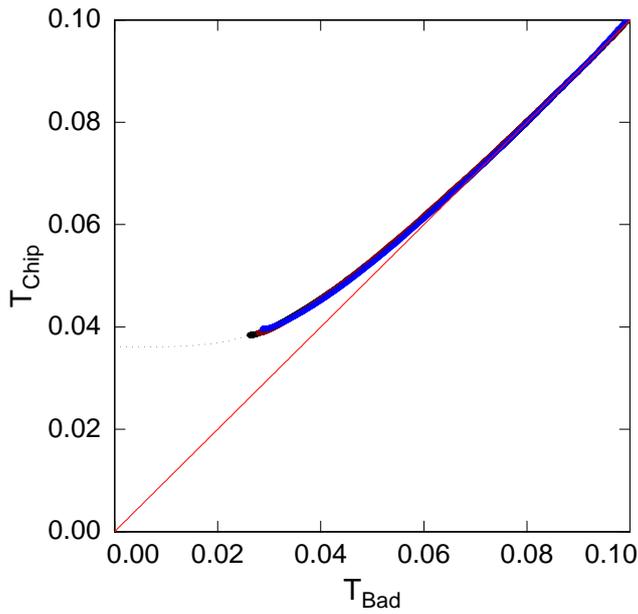


Abbildung 7.5: Temperatur der SQUID-Chip-Oberfläche T_{Chip} in Abhängigkeit von der Temperatur der Experimentierplattform T_{Bad} .

Dabei ist die Wechselwirkung zwischen den magnetischen Momenten in der Theorie berücksichtigt. Bei hohen Temperaturen befinden sich die gemessenen und theoretischen Kurven in guter Übereinstimmung zueinander, bei Temperaturen unter etwa 60 mK kommt es zu einem flacheren Verlauf der gemessenen Magnetisierungen. Der Verlauf kann durch eine höhere Oberflächentemperatur T_{Chip} des SQUID-Chips und die damit verbundene höhere Sensortemperatur in Bezug auf die Temperatur der Experimentierplattform T_{Bad} erklärt werden.

In [Abbildung 7.5](#) ist die Temperatur der SQUID-Chip-Oberfläche T_{Chip} in Abhängigkeit von der Temperatur der Experimentierplattform T_{Bad} dargestellt. Die Leistungsdissipation des SQUIDs führt zu einem Wärmeeintrag $\dot{Q} = UI$ auf der Oberfläche des Silizium-Chips. Auf Grund der geringen Wärmeleitfähigkeit des Silizium-Substrats bei tiefen Temperaturen und vor allem durch den Kapizawiderstand zwischen den Kontaktflächen von SQUID-Chip, Epoxidharz und Messinghalter kann die Wärme nicht effektiv an das Wärmebad der Experimentierplattform abgeführt werden. Es gilt in etwa die Beziehung $T_{\text{Chip}} = (T_{\text{Bad}}^4 + \dot{Q}/G_0)^{1/4}$. Deren Verlauf ist ebenfalls in der [Abbildung 7.5](#) eingezeichnet. G_0 entspricht dabei dem Vorfaktor des Wärmeleitwertes $G = G_0 T^3$.

Zur Erzeugung der Magnetfelder wurde in die geschlossene supraleitende Feldspule ein Dauerstrom eingepreßt. Die Größe des eingespeisten Stroms betrug 100 mA, 200 mA bzw. 300 mA. Die Größe des Magnetisierungssignals skaliert nicht genau mit der Größe des eingespeisten Stroms. Es hat den Anschein, dass bei den höheren Strömen nur ein Teil des eingespeisten Stroms beim Einprägen als Dauerstrom innerhalb der geschlossenen Feldspule verblieben ist. Das daraus resultierende Magnetfeld ist entsprechend kleiner und kann aber mit Hilfe einer Anpassung der theoretischen Vorhersage an die gemessene Magnetisierung bei $T > 100$ mK ermittelt werden.

Die Ursache für den kleineren Dauerstrom ist die Existenz eines kritischen Stromwerts, bei dem die Supraleitung zusammenbricht. Dabei begrenzt nicht der kritische Stromwert des supraleitenden Drahtes den maximal einprägbaren Stromwert, sondern die Punktschweißverbindung, mit deren Hilfe die beiden Drahtenden zu einem geschlossenen Stromkreis miteinander verbunden wurden. Dazu wurde jeweils ein Drahtende auf ein kleines Stück Niobblech durch eine Punktschweißverbindung befestigt. Die beiden Punktschweißverbindungen stellen die Schwachstelle des geschlossenen Stromkreises dar. Beim Einprägen des Dauerstroms kann es deshalb vorkommen, dass nur ein Teil des angelegten Stroms innerhalb der geschlossenen Feldspule verbleibt. Vor allem bei hohen Strömen wurde dieser Effekt beobachtet.

7.6 Pulsform

In dem nun folgenden Abschnitt soll auf den zeitlichen Verlauf des Magnetisierungssignals bei der Absorption eines einzelnen Röntgenquants näher eingegangen werden. An dieser Stelle sollen nochmals die charakteristischen Größen des in dieser Arbeit verwendeten Detektors genannt werden. Der Detektor besitzt einen zylindrischen Sensor mit einem Radius von $r = 25 \mu\text{m}$ und einer Höhe von $h = 8 \mu\text{m}$. Er besteht aus einer Legierung aus Gold und Erbium und hat eine Erbiumkonzentration von 600 ppm. Er ist mit einem metallischen Absorber aus Gold verbunden. Dessen Dicke beträgt $5 \mu\text{m}$ und der Absorber hat eine Fläche von $180 \times 180 \mu\text{m}^2$. Die Temperatur des Sensors beträgt 35 mK und das Magnetfeld 3,0 mT. Die Änderung der Magnetisierung wird mit Hilfe eines empfindlichen SQUID-Magnetometers gemessen und in ein Spannungssignal umgewandelt. Zur Aufzeichnung von einzelnen Pulsen werden ein Analog-Digitalwandler und ein geeignetes Computerprogramm verwendet. Mit Hilfe einer so genannten Trigger⁷-Schwelle kann der Zeitpunkt der Absorption festgelegt werden.

In Abbildung 7.6 ist der zeitliche Verlauf eines einzelnen Röntgenquants mit der Energie 5,9 keV gezeigt. Es soll an dieser Stelle betont werden, dass es sich hierbei um ein ungemittelttes Signal handelt. Vor der Absorption des Röntgenquants ist der Wert magnetischen Flusses annähernd konstant und nur von einem kleinen Rauschen überlagert. Nach der Absorption des Röntgenquants kommt es zu einem schnellen Ansteigen des Magnetisierungssignals innerhalb von etwa $100 \mu\text{s}$. Nach dem Erreichen des maximalen Wertes fällt das Magnetisierungssignal, verglichen mit der Anstiegszeit, auf einer längeren Zeitskala wieder ab. Der Abfall kann durch eine Funktion beschrieben werden, die aus der Summe von zwei Exponentialfunktionen besteht. Es gibt einen schnellen Abfall in der Nähe des Maximums und einen langsamen Abfall im weiteren Verlauf des Pulses. Man erhält für die kurze Zeitkonstante τ_1 einen Wert von etwa $650 \mu\text{s}$ und für die lange Zeitkonstante τ_2 einen Wert von etwa 8,1 ms.

Die kurze Zeitkonstante τ_1 ist durch den Wärmefluss in ein zusätzliches System gegeben. Dieses System hat seine Ursache im Einfluss der Er^{3+} -Ionen auf die Ker-

⁷Aus dem Englischen für Auslösen.

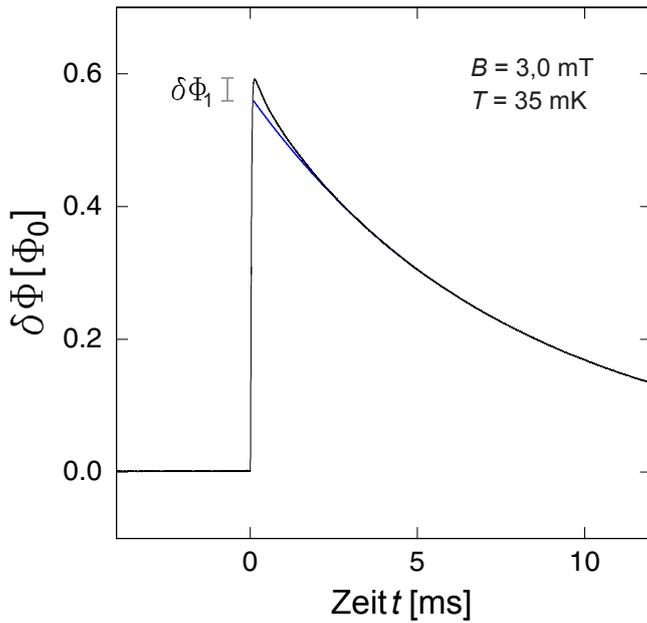


Abbildung 7.6: Zeitlicher Verlauf eines einzelnen Röntgenquants mit der Energie 5,9 keV. Die Temperatur des Sensors beträgt 35 mK und das Magnetfeld 3,0 mT.

ne der Gold-Matrix und führt zu einer zusätzlichen Wärmekapazität, in die nach der Absorption eines Röntgenquants Wärme abfließen kann. Der Anteil $\delta\Phi_1$ an der Gesamthöhe des Signals ist etwa 7%. Die längere Zeitkonstante τ_2 ist durch die thermische Ankopplung des Sensors an die Oberfläche des SQUID-Chips gegeben. Im Rahmen dieser Arbeit wurde die Zeitkonstante im Vergleich zu früheren Messungen (siehe unter anderem [Lin03]) verkleinert. Der Sensor wurde mit Hilfe von Epoxidharz (Stycast 1266) auf der Oberfläche des SQUID-Chips festgeklebt. Dadurch wurde eine kurze Thermalisierungszeit erreicht. Der Wärmefluss findet dabei über Phononen statt. Eine weitere Reduzierung der Thermalisierungszeit kann durch den Einsatz von metallischen Thermalisierungsbahnen erzielt werden. Dazu wird der Sensor über einen direkten metallischen Kontakt mit dem Wärmebad verbunden, die Wärmeleitung findet durch die Elektronen statt. Thermalisierungszeiten von unter einer Millisekunde sind dadurch erreichbar. Derartige Strukturen wurden im Rahmen dieser Arbeit untersucht, jedoch soll aus Gründen der Übersichtlichkeit hier nicht näher darauf eingegangen werden. Es ist allerdings zu bedenken, dass eine Reduzierung der Zeitkonstanten τ_2 zu einer leichten Verschlechterung der Energieauflösung gemäß $(\tau_0/\tau_2)^{1/4}$ führt (siehe auch Abschnitt 4.5). Hierbei ist τ_0 die Anstiegszeit und τ_2 die thermische Abfallzeit des Signals.

Der Signalanstieg bei der Absorption eines Röntgenquants wird durch die Umwandlung des Röntgenquants in thermische Energie verursacht. Dabei wird durch eine Reihe von Prozessen die Energie von zunächst wenigen hochenergetischen Elektronen und Photonen auf eine Vielzahl von thermischen Elektronen verteilt. Eine ausführliche Diskussion der auftretenden Prozesse wird in [Ens00a] geführt. Nach einer Zeit von weniger als 10^{-8} s hat sich die Energie des absorbierten Röntgenquants auf einen Volumenbereich von wenigen Mikrometern Durchmesser verteilt. Durch Diffusionsprozesse wird die Energie über den gesamten Detektor verteilt, die

Thermalisierungszeit liegt hierbei für den oben genannten Detektor bei etwa 10^{-7} s.

Die magnetischen Momente des Sensormaterials reagieren auf diese Temperaturerhöhung der Leitungselektronen mit einer Relaxationszeit τ , die sich mit Hilfe der Korringa-Relation $\tau T = \kappa$ beschreiben lässt. Messungen der ESR-Linienbreite von Au:Er bei Temperaturen unter 1 K ergaben eine Korringa-Konstante von $\kappa = 7 \cdot 10^{-9}$ Ks [Sjö75]. Bei einer Temperatur von 35 mK, was gut den typischen experimentellen Randbedingungen entspricht, ergibt sich daraus für die Relaxationszeit der magnetischen Momente ein Wert von $\tau \simeq 2 \cdot 10^{-7}$ s. Der Wärmefluss in das System der magnetischen Momente geschieht deshalb sehr schnell.

Dieser 'wahre' Verlauf des Signalanstiegs ist mit dem hier diskutierten Aufbau nicht messbar. Die Anstiegszeit des Signals ist durch die endliche Signal-Folge-Geschwindigkeit der SQUID-Elektronik beschränkt. Diese besitzt einen Wert von etwa $0,1 \Phi_0/\mu\text{s}$. Die Ursache liegt in der Wirkungsweise der flussrückkoppelnden SQUID-Elektronik. Bei einer Flussänderung im Detektor muss die daraus resultierende Spannungsänderung erst zu der bei Raumtemperatur arbeitenden Elektronik geleitet werden. Anschließend wird der Fluss im Detektor-SQUID über die Rückkoppelspule entsprechend kompensiert. Die relativ langen Leitungen im Kryostaten begrenzen die maximale Geschwindigkeit der Rückkoppelschaltung.

Die Pulsform wird auch durch den Einsatz von Filtern beeinflusst. Für die Digitalisierung der Daten ist es notwendig, dass das Signal von einem Tiefpass mit $f_g = 10$ kHz gefiltert wird, damit die Nyquist-Bedingung ($f_g < f_{\text{sample}}/2$) erfüllt ist. Der Tiefpassfilter verändert den zeitlichen Verlauf des Signalanstiegs. Er führt zu einem Anstieg, der nach etwa $100 \mu\text{s}$ sein Maximum erreicht.

7.7 Signalthöhe

Im nun folgenden Abschnitt soll die gemessene Signalthöhe mit der auf Grund der thermodynamischen Eigenschaften des Detektors erwarteten Signalthöhe, die in Abschnitt 4.3 diskutiert worden ist, verglichen werden. Dazu wurden bei drei verschiedenen Magnetfeldern (1,8 mT, 2,5 mT und 3,0 mT) und bei vier verschiedenen Temperaturen (40 mK, 55 mK, 70 mK und 90 mK) die Signalthöhe $\delta\Phi$ gemessen.

In Abbildung 7.7 ist der zeitliche Verlauf des magnetischen Flusses $\delta\Phi$ im SQUID-Magnetometer bei der Absorption von Röntgenquanten mit einer Energie von 5,9 keV gezeigt. Der Verlauf ist für verschiedene Temperaturen dargestellt. Das Magnetfeld beträgt 3,0 mT. Es ist an dieser Stelle anzumerken, dass der Puls bei der Temperatur von 40 mK von einem Röntgenquant der Energie 3,7 keV stammt und auf die Energie von 5,9 keV skaliert worden ist. Die Signalthöhe ist von der Temperatur abhängig und nimmt mit steigender Temperatur ab. Bei einer höheren Temperatur führt der gleiche Energieeintrag zu einer geringeren Änderung des magnetischen Moments δm

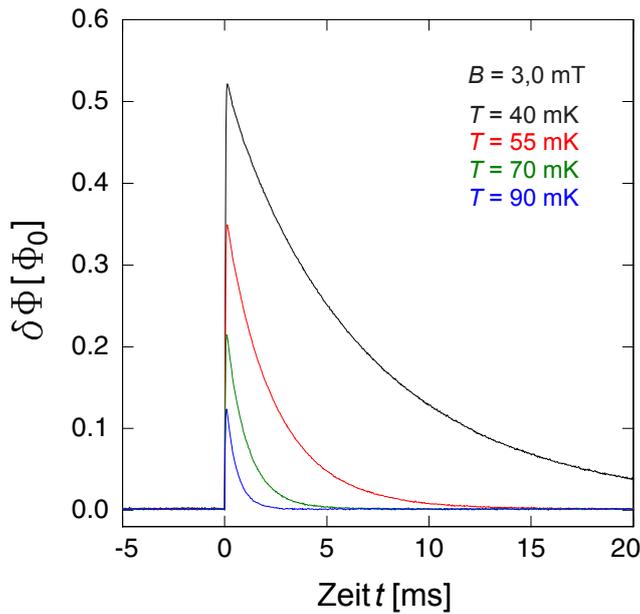


Abbildung 7.7: Zeitlicher Verlauf des magnetischen Flusses $\delta\Phi$ im SQUID-Magnetometer bei der Absorption von Röntgenquanten mit einer Energie von 5,9 keV. Der Verlauf ist für verschiedene Temperaturen dargestellt. Das Magnetfeld beträgt 3,0 mT.

und somit zu einer kleineren Flussänderung

$$\delta\Phi = \mu_0 \frac{G}{r} \delta m \quad (7.3)$$

im SQUID-Magnetometer. Da im Fall kleiner konstanter Magnetfelder die Wärmekapazität des Spinsystems mit steigender Temperatur abnimmt, die der Leitungselektronen des Sensors und des Absorbers jedoch zunimmt, führt ein Energieeintrag δE bei hohen Temperaturen zu einer kleineren Anzahl von Spinflips und damit zu einem kleineren magnetischen Moment δm .

Die Abfallszeit τ_2 ist ebenfalls von der Temperatur abhängig und wird mit steigender Temperatur kürzer. Das beobachtete Verhalten lässt sich durch die bessere Wärmeleitfähigkeit zwischen dem Sensor und der Oberfläche des SQUID-Chips bei höheren Temperaturen erklären. Aus der Abfallszeit τ_2 und den Wärmekapazitäten des Sensors und des Absorbers kann die Abhängigkeit des Wärmeleitwertes G genauer untersucht werden. Diese ist durch den Kapiza-Widerstand zwischen dem Silizium und dem Gold-Sensor mit $G = G_0 T^3$ bestimmt. Für die gegebene Geometrie und die Materialien lässt sich für den Vorfaktor G_0 ein Wert von etwa $8,3 \cdot 10^{-6} \text{ W/K}^4$ abschätzen⁸. Eine Analyse der Abfallszeiten bestätigt die erwartete Temperaturabhängigkeit von G mit T^3 . Für den Vorfaktor G_0 erhält man einen Wert von $3,0 \cdot 10^{-6} \text{ W/K}^4$, der in Anbetracht der stark vereinfachten Abschätzung gut mit der berechneten Größe übereinstimmt.

In [Abbildung 7.8](#) ist der zeitliche Verlauf des magnetischen Flusses $\delta\Phi$ im SQUID-

⁸Dabei wurde für Gold die Schallgeschwindigkeit mit $v_D = 1422 \text{ m/s}$ (nach Debye) und die Dichte mit $\rho = 19,320 \text{ g/cm}^3$, für Silizium $v_D = 5898 \text{ m/s}$ und $\rho = 2,329 \text{ g/cm}^3$ und der Ausdruck für den Kapizawiderstand aus [\[Ens05\]](#) angenommen.

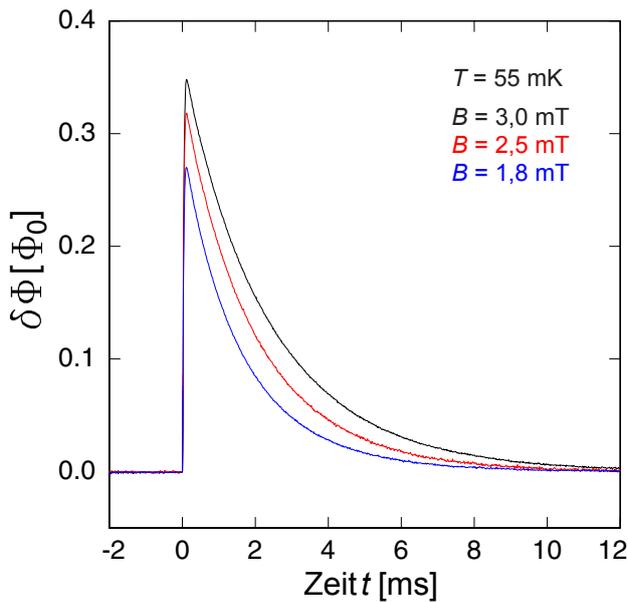


Abbildung 7.8: Zeitlicher Verlauf des magnetischen Flusses $\delta\Phi$ im SQUID-Magnetometer bei der Absorption von Röntgenquanten mit einer Energie von 5,9 keV. Der Verlauf ist für verschiedene Magnetfelder dargestellt. Die Temperatur beträgt 55 mK.

Magnetometer bei der Absorption von Röntgenquanten mit einer Energie von 5,9 keV. Der Verlauf ist für verschiedene Magnetfelder dargestellt. Die Temperatur beträgt 55 mK. Es ist an dieser Stelle anzumerken, dass der Puls bei dem Magnetfeld von 2,5 mT von einem Röntgenquant der Energie 3,7 keV stammt und auf die Energie von 5,9 keV skaliert worden ist. Die Signalhöhe ist vom Magnetfeld abhängig und nimmt mit kleineren Magnetfeldern ab. Auch dieses Verhalten lässt sich verstehen, da die Änderung des magnetischen Moments δm für kleine Magnetfelder proportional vom Magnetfeld abhängt. Daraus resultiert für ein kleineres Magnetfeld gemäß Gleichung (7.3) auch eine kleinere Signalhöhe.

Die gemessenen Signalhöhen können nun mit den auf Grund der thermodynamischen Eigenschaften des Detektors erwarteten Signalhöhen verglichen werden. In Abbildung 7.9 ist die berechnete Signalhöhe $\delta\Phi/\delta E$ in Abhängigkeit von der Temperatur T bei verschiedenen Magnetfeldern für den hier diskutierten Detektor mit einer Erbiumkonzentration von 600 ppm dargestellt (durchgezogene Linien). Ebenfalls sind die gemessenen Signalhöhen für verschiedene Temperaturen und Magnetfelder eingezeichnet (gefüllte Symbole).

Die gemessenen und die erwarteten Signalhöhen stimmen für die Messungen mit einem Magnetfeld von 1,8 mT bei allen Temperaturen gut überein. Bei den beiden höheren Magnetfeldern ist eine gute Übereinstimmung nur für die hohen Temperaturen gegeben. Bei einer Temperatur von etwa 40 mK weichen die gemessenen und die erwarteten Signalhöhen um bis zu 40 % voneinander ab.

Die genaue Ursache dieser Abweichungen bei tiefen Temperaturen und hohen Magnetfeldern ist zur Zeit noch ungeklärt. Eine mögliche Erklärung könnte in einer etwas höheren Temperatur des Sensors liegen. Dementgegen sprechen jedoch die durchgeführten Magnetisierungsmessungen und die daraus gewonnene Temperatur-

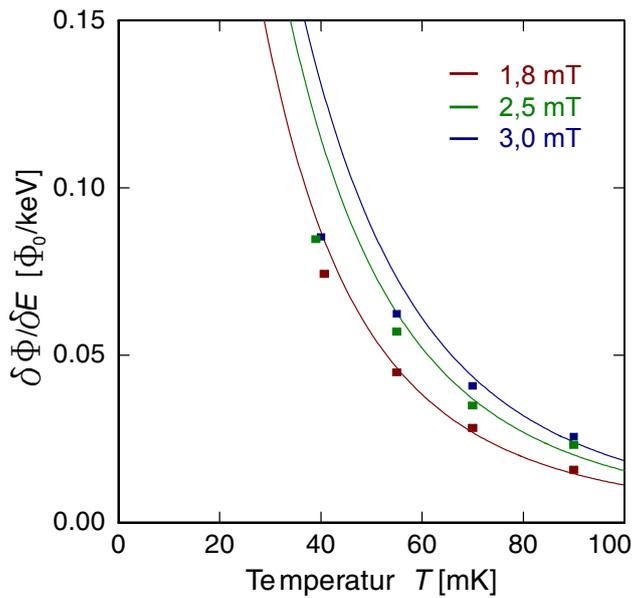


Abbildung 7.9: Berechnete Signalhöhe $\delta\Phi/\delta E$ in Abhängigkeit von der Temperatur T bei verschiedenen Magnetfeldern für einen Detektor mit einer Erbiumkonzentration von 600 ppm (durchgezogene Linien). Die gemessenen Signalhöhen sind für verschiedene Temperaturen und Magnetfelder eingezeichnet (gefüllte Symbole).

abhängigkeit zwischen der Temperatur der Experimentierplattform und der Oberfläche des SQUID-Chips, die in Abbildung 7.5 dargestellt sind. Die Unsicherheiten in der Temperatur ist zwar vor allem bei den tiefen Temperaturen am größten, die gesamte Abweichung lässt sich aber damit dennoch nicht erklären.

Eine weitere mögliche Erklärung der Abweichungen ist die Annahme einer zusätzlichen Wärmekapazität, die in sehr gutem thermischen Kontakt zu den Leitungselektronen und den magnetischen Momenten steht und daher zu einer reduzierten Signalhöhe führt. Diese zusätzliche Wärmekapazität würde vor allem bei niedrigen Temperaturen und hohen Magnetfeldern in Erscheinung treten. Für eine endgültige Erklärung der Ursache bedarf es jedoch weiterer Experimente.

7.8 Gesamtspektrum von ^{55}Mn

Um die Leistungsfähigkeit des Detektors zu demonstrieren und die Energieauflösung zu bestimmen, wurde mit dem oben beschriebenen Detektor das Spektrum einer ^{55}Fe -Quelle gemessen. Die Röntgenquelle wurde bereits in Abschnitt 7.4 diskutiert. Die vorgestellte Messung erfolgte über knapp drei Stunden, die Rate betrug im Mittel 1,5 Röntgenquanten pro Sekunde und es wurden ca. 16 000 einzelne Ereignisse aufgezeichnet. Neben dem zeitlichen Verlauf der Signale bei der Absorption eines einzelnen Röntgenquants wurden auch etwa 8000 Ruhesignale aufgezeichnet. Diese werden für die Berechnung des Rauschspektrums für den optimalen Filter und für eine Abschätzung der Energieauflösung aus dem Rauschen benötigt.

Das analoge Ausgangssignal der SQUID-Elektronik, welches proportional zum magnetischen Fluss innerhalb der SQUID-Schleife ist, wurde zunächst in zwei Kanäle aufgeteilt. Der eine Kanal, der so genannte Triggerkanal, wurde durch einen schwä-

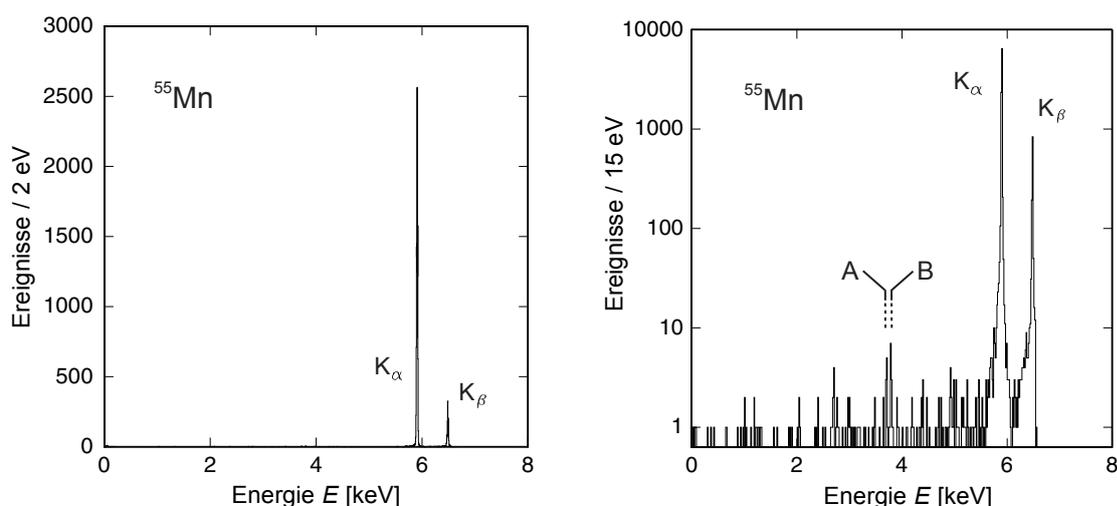


Abbildung 7.10: (links) Gemessenes Spektrum der charakteristischen Röntgenstrahlung von ^{55}Mn . Deutlich zu erkennen sind die K_α -Linie (5,9 keV) und die K_β -Linie (6,5 keV). (rechts) Gemessenes Spektrum der charakteristischen Röntgenstrahlung von ^{55}Mn in logarithmischer Auftragung.

chenen Tiefpass gefiltert, damit der Zeitpunkt des Signalanstiegs für alle Ereignisse mit guter Zeitaufösung festgelegt werden konnte. Der zweite Kanal, der hier als Signalkanal bezeichnet werden soll, wurde nur mit einem 10 kHz-Tiefpass gefiltert. Mit Hilfe eines Analog-Digital-Wandlers wurden für jedes Ereignis 16 384 Spannungswerte des Signalkanals mit einer Auflösung von 12 Bit aufgenommen, von denen 25 % vor dem Triggerzeitpunkt liegen.

Im Anschluss an die Messung wurde eine detaillierte Analyse der aufgezeichneten Daten durchgeführt. Dazu wurde nach dem in Abbildung 7.3 skizzierten Algorithmus vorgegangen. Zunächst wurden die Ereignisse identifiziert, die der K_α -Linie von Mangan entsprechen. Durch die Mittelung dieser Signalverläufe wurde ein verhältnismäßig rauschfreier Musterpuls erzeugt, der proportional zur Punktantwortfunktion des Detektors ist. Die aufgezeichneten Ruhesignale wurden fouriertransformiert, anschließend wurde über alle Rauschspektren gemittelt. Aus der Punktantwortfunktion und dem Spektrum des Rauschens wurde die optimale Filterfunktion berechnet und auf alle aufgezeichneten Ereignisse angewandt. Der Algorithmus liefert für jedes Ereignis einen Zahlenwert, der die relative Amplitude des Signals, bezogen auf die Amplitude des Musterpulses, angibt. Ein Histogramm dieser relativen Pulshöhen entspricht dem Energiespektrum der absorbierten Röntgenquanten. Die Energieskala kann mit Hilfe von markanten Linien im Spektrum kalibriert werden. Im hier betrachteten Fall wurde für die Kalibrierung die K_α -Linie von Mangan verwendet.

In Abbildung 7.10 ist auf der linken Seite das gemessene Spektrum der charakteristischen Röntgenstrahlung von ^{55}Mn dargestellt. Das Spektrum ist in Form eines Histogramms aufgetragen, die Ereignisse sind in Energieintervalle der Breite 2 eV eingeordnet. Deutlich zu erkennen sind die K_α -Linie bei einer Energie von 5,9 keV

und die K_β -Linie bei einer Energie von 6,5 keV, die etwa neunmal schwächer ist. Der Energiebereich des Detektors reicht von etwa 20 eV, was der im Experiment gewählten Triggerschwelle des Analog-Digital-Wandlers entspricht, bis zu etwa 7 keV. Bei noch höheren Energien kommt es zu einem Flusssprung in der Rückkoppel elektronik, da die maximale Flussänderung größer als ein halbes Flussquant Φ_0 wird. Diese Ereignisse können mit einem rückgekoppelten SQUID und bei der Signal-Folge-Geschwindigkeit des hier diskutierten Aufbaus nicht nachgewiesen werden.

Das Spektrum ist, neben den beiden erwarteten Linien, fast vollständig frei von anderen Ereignissen. Dieses bedeutet, dass der Strahlengang durch die Kollimatoren sehr gut definiert ist und keine Röntgenstrahlung direkt auf die Oberfläche des SQUID-Chips gelangen kann. Auch ist die Dicke des Goldabsorbers mit $5\ \mu\text{m}$ ausreichend, um eine hohe Quanteneffizienz von über 98 % bei einer Energie von 6 keV zu erreichen. Würden auf Grund von einer schlechten Kollimierung viele Röntgenquanten auch auf der Oberfläche des SQUID-Chips absorbiert werden, so gäbe es im mittleren Energiebereich des Spektrums eine Häufung von weiteren Ereignissen.

Auf der rechten Seite in Abbildung 7.10 ist das gemessene Spektrum in logarithmischer Auftragung gezeigt. Das Spektrum ist in Form eines Histogramms dargestellt, die Ereignisse sind in Energieintervalle der Breite 15 eV eingeordnet. In dieser Form der Auftragung lassen sich auch einzelne Ereignisse erkennen. Ebenfalls sind kleine signifikante Häufungen gut erkennbar. Über den gesamten Energiebereich bis zu den dominanten K_α - bzw. K_β -Linien gibt es nur wenige zusätzliche Ereignisse. Das Verhältnis zwischen der Größe der Röntgenlinien und dem Untergrund ist mit etwa 5000/1 sehr groß. Bei einer Energie von 3,695 keV (A) bzw. 3,775 keV (B) lassen sich zwei weitere, sehr schwache Linien mit einer signifikanten Häufung erkennen. Auf Grund der geringen Statistik ist der Mittelpunkt der Linien nicht exakt bestimmbar, sondern kann nur mit einer Unsicherheit von etwa 5 eV angegeben werden. Bei der Absorption eines Röntgenquants der Energie 5,899 keV im Gold-Absorber kann ein Übergang in den äußeren Schalen des Atoms auftreten und dadurch ein Photon erzeugt werden. Vor allem in der Nähe der Oberfläche des Absorbermaterials kann es vorkommen, dass das Photon nicht wieder im Absorber gestoppt wird, sondern den Absorber verlässt. Dadurch verringert sich die scheinbare Energie des primär absorbierten Röntgenquants. Die Differenzen von 5,899 keV und 3,695 keV (A) bzw. 3,775 keV (B) ergeben mit 2,204 keV bzw. ca. 2,124 keV Energien, die den Übergängen zwischen den M- und N-Schalen von Gold zugeordnet werden können. In Tabelle 7.1 sind die Energien von erlaubten Übergängen zwischen den M- und N-Schalen von Gold im relevanten Energiebereich dargestellt. Die Übereinstimmung der gemessenen Energie der beiden Linien ist trotz der geringen Statistik bemerkenswert gut.

Für die K_β -Linie mit der Energie von 6,5 keV sollten entsprechende Linien im Spektrum existieren. Auf Grund der neunmal kleineren Intensitäten der K_β -Linie im Vergleich zu der K_α -Linie verwinden diese Linien jedoch im Untergrund.

Energie [KeV]	Übergang
2,1180	$\alpha_2 M_V N_{VI}$ $4f_{5/2} \rightarrow 3d_{3/2}$
2,1229	$\alpha_1 M_V N_{VII}$ $4f_{7/2} \rightarrow 3d_{5/2}$
2,2046	$\beta M_{IV} N_{VI}$ $4f_{5/2} \rightarrow 3d_{3/2}$

Tabelle 7.1: Energien von erlaubten Übergängen zwischen den M- und N-Schalen von Gold im relevanten Energiebereich.

7.9 K_α -Linie von ^{55}Mn

Die Energieauflösung des Detektors kann durch eine Analyse der Linienform der K_α -Linie von Mangan bestimmt werden. In Abbildung 7.11 ist die natürliche Linienform der K_α -Linie von Mangan dargestellt. Die Linienform wurde von Hölzer et al. [Höl97] mit Hilfe eines Kristallspektrometers gemessen.

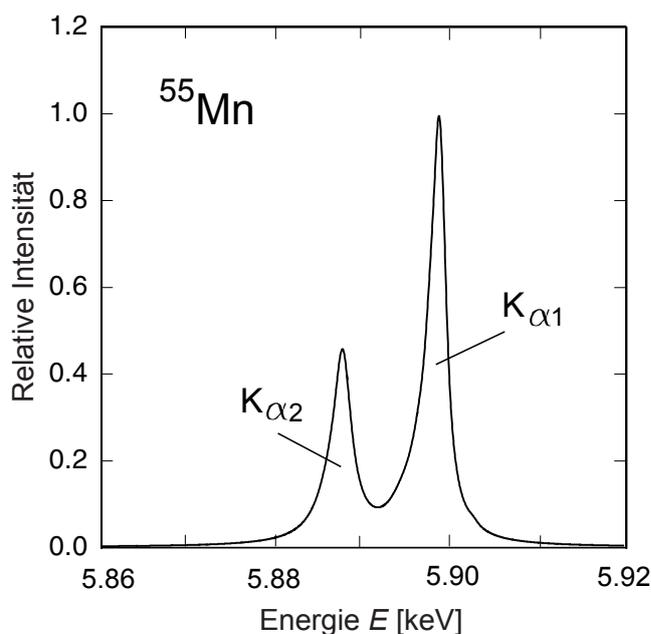


Abbildung 7.11: Natürliche Linienform der K_α -Linie von Mangan. Die Linienform wurde mit Hilfe eines Kristallspektrometers gemessen [Höl97].

Die Linienform kann unter der Annahme der in Tabelle 7.2 aufgelisteten Werte dargestellt werden. Die Werte entstammen [Höl97], den privaten Mitteilungen von E. Förster⁹ an C. Enss und an S. Porter¹⁰. Die Mitteilungen beziehen sich auf zwei Tippfehler, die in [Höl97] für die Intensität des zweiten Anteils an der $K_{\alpha 2}$ -Linie einen Wert von 0,010 anstatt der richtigen Intensität 0,100 bzw. für die Intensität des fünften Anteils an der $K_{\alpha 1}$ -Linie einen Wert von 0,007 anstatt 0,0714 angibt. Ebenfalls gibt es einen weiteren Anteil an der $K_{\alpha 1}$ -Linie, der nicht in [Höl97] veröffentlicht wurde, da die Intensität unter 5% lag. Die K_α -Linie von Mangan setzt sich

⁹Friedrich-Schiller-Universität Jena.

¹⁰Goddard Space Flight Center, NASA, USA.

Linie	Energie [eV]	Intensität	Breite [eV]
$K_{\alpha 1}$	5898,853	0,790	1,715
	5897,867	0,264	2,043
	5894,829	0,068	4,499
	5896,532	0,096	2,663
	5899,417	0,0714	0,969
	5902,712	0,0106	1,5528
$K_{\alpha 2}$	5887,743	0,372	2,361
	5886,495	0,100	4,216

Tabelle 7.2: Auflistung der einzelnen Anteile an der natürlichen Linienform für die $K_{\alpha 1}$ - und $K_{\alpha 2}$ -Linie mit jeweils der Energie, der Amplitude und der Breite. Die Werte entstammen [Höl97], den privaten Mitteilungen von E. Förster an C. Enss und an S. Porter.

auf Grund der Feinstruktur-Aufspaltung aus zwei Linien zusammen, die Energien der Linien unterscheiden sich um etwa 12 eV. Die $K_{\alpha 1}$ -Linie wird durch den Übergang eines Elektrons aus dem Zustand $2p_{3/2}$ in den Zustand $1s_{1/2}$ erzeugt. Die $K_{\alpha 2}$ -Linie entsteht durch den Übergang eines Elektrons aus dem Zustand $2p_{1/2}$ in den Zustand $1s_{1/2}$. Die beiden Linien haben jeweils eine natürliche Linienbreite von etwa 2,4 eV.

In Abbildung 7.12 ist das Röntgenspektrum der K_α -Linie von Mangan dargestellt, das mit dem in dieser Arbeit diskutierten magnetischen Kalorimeter gemessen worden ist. Das Spektrum ist in Form eines Histogramms aufgetragen, wobei die Er-

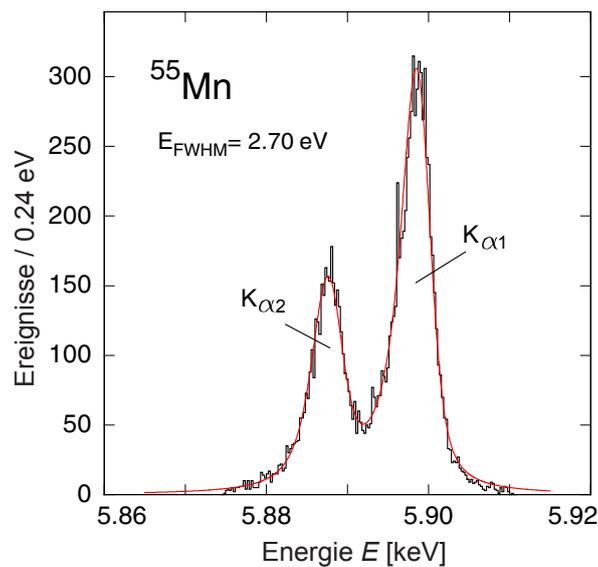


Abbildung 7.12: Röntgenspektrum der K_α -Linie von Mangan, gemessen mit dem in dieser Arbeit diskutierten magnetischen Kalorimeter.

eignisse in Energieintervalle der Breite $0,24\text{ eV}$ eingeordnet sind. Die beiden Linien, die durch die Feinstruktur-Aufspaltung entstehen, sind deutlich voneinander getrennt zu erkennen. Um aus der Linienform auf die Energieauflösung des Detektors zu schließen, wurde an das gemessene Röntgenspektrum eine theoretische Kurve angepasst, die sich aus der Faltung der natürlichen Linienform mit einer Gauß-Verteilung ergibt. Dabei wurde davon ausgegangen, dass die instrumentelle Linienform des Detektors einer Gauß-Verteilung entspricht. Im noch folgenden Abschnitt 7.12 wird gezeigt, dass die Annahme einer Gauß-Verteilung in guter Näherung gerechtfertigt ist.

Als Ergebnis erhält man für das in Abbildung 7.12 gezeigte Röntgenspektrum eine instrumentelle Halbwertsbreite von $\Delta E_{\text{FWHM}} = 2,70 \pm 0,05\text{ eV}$. Die zugehörige theoretische Kurve ist als durchgezogene Linie dem gemessenen Spektrum überlagert. Die Energieauflösung von $2,7\text{ eV}$ entspricht bei einer Energie von $5,9\text{ keV}$ einem Auflösungsvermögen des Detektors von $E/\Delta E_{\text{FWHM}} \simeq 2200$. Damit sind magnetische Kalorimeter neben den TES-Kalorimetern, die einzigen energiedispersiven Detektoren, mit denen ein Auflösungsvermögen von über 2000 gezeigt werden konnte.

7.10 K_{β} -Linie von ^{55}Mn

Wird zum Nachweis von Röntgenfluoreszenzstrahlung ein hinreichend hochauflösender Detektor verwendet, so kann neben der Zusammensetzung der Elemente einer Probe auch deren chemischer Bindungszustand analysiert werden. Dieses wäre vor allem in der Analyse von Mikrometer- und Submikrometer-Strukturen, bei der Prozesskontrolle der Halbleiterindustrie und in Kombination mit einem Rasterelektromikroskop in zukünftigen Anwendungen denkbar.

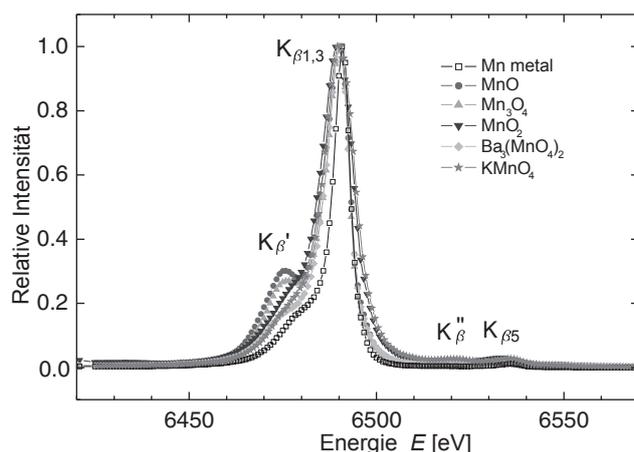


Abbildung 7.13: Röntgenfluoreszenzspektrum der K_{β} -Linie von Mangan in verschiedenen chemischen Verbindungen, gemessen von K. Sakurai und H. Eba [Sak03].

Die Analyse des chemischen Bindungszustandes soll nun am Beispiel der K_{β} -Linie gezeigt werden. Diese ist etwa neunmal schwächer als die K_{α} -Linie und befindet sich bei einer Energie von etwa $6,5\text{ keV}$ (siehe auch Abbildung 7.10). Die K_{β} -Linie entsteht durch den Übergang eines Elektrons von der M-Schale auf die K-Schale. Der Übergang von einer weiter außen liegenden Schale wird durch die Anwesenheit von

an das Mangan gebundene Atome beeinflusst, so dass es zu signifikanten Änderungen im Röntgenspektrum kommt.

In Abbildung 7.13 ist das Röntgenfluoreszenzspektrum der K_β -Linie von Mangan in verschiedenen chemischen Verbindungen dargestellt. Die Messung wurde von K. Sakurai und H. Eba [Sak03] mit einem Kristallspektrometer durchgeführt. Man kann deutlich den Einfluss der an der Bindung beteiligten Elemente auf die Form des Röntgenfluoreszenzspektrums erkennen. Die Intensität der so genannten Satelliten-Linie $K_{\beta'}$ ist stark vom Bindungszustand der Mangan-Atome abhängig. Die physikalische Ursache für das Auftreten der Satelliten-Linie $K_{\beta'}$ ist jedoch noch nicht vollständig geklärt, als mögliche Gründe werden eine Austauschwechselwirkung des agierenden Elektrons aus dem $3p$ -Orbital mit den $3d$ -Elektronen oder auch Anregungen von Plasmonen diskutiert [Sak03].

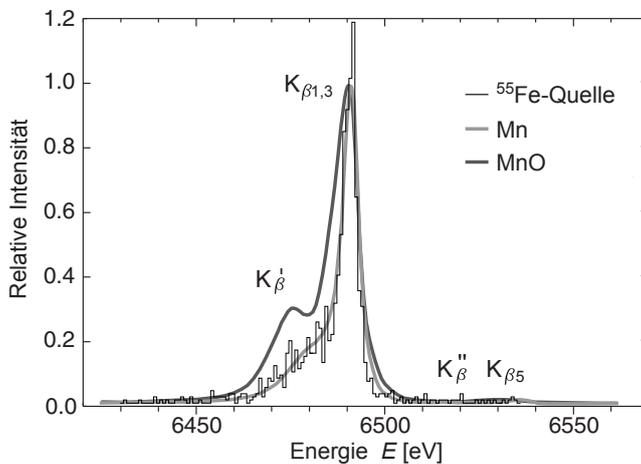


Abbildung 7.14: Röntgenspektrum der K_β -Linie von Mangan, gemessen mit dem in dieser Arbeit diskutierten magnetischen Kalorimeter.

Durch die Messung der Linienform der K_β -Linie lässt sich der chemische Bindungszustand der in dieser Arbeit verwendeten ^{55}Fe -Quelle analysieren. In Abbildung 7.14 ist das gemessene Röntgenspektrum der K_β -Linie (Histogramm) gemeinsam mit der natürlichen Linienform von metallischem Mangan und Manganoxid (durchgezogene Linien) dargestellt. Man kann eindeutig erkennen, dass die emittierenden Atome in metallischer Form vorlagen. Auch ist die Energieauflösung des Detektors ausreichend, die natürliche Linienform der K_β -Linie abzubilden. Ein magnetisches Kalorimeter mit einer hohen Energieauflösung kann zum Nachweis der charakteristischen Röntgenstrahlung von Elementen einer Probe und zur Analyse des chemischen Bindungszustandes der beteiligten Elemente verwendet werden.

7.11 Temperaturstabilität

In diesem Abschnitt soll die Temperaturstabilität auf der Oberfläche des SQUID-Chips näher betrachtet werden. Für einen hochauflösenden Detektor ist es notwendig, die Temperatur des Sensors möglichst konstant zu halten. Eine Änderung der Sensortemperatur hat eine Änderung der Signalhöhe bei gleichem Energieeintrag zur

Folge, was dazu führt, dass das in Abbildung 7.12 dargestellte Röntgenspektrum der K_α -Linie während der Messung leicht nach rechts und links verschoben wird, so dass die beiden Linien zusätzlich verbreitert werden.

Während der weiter oben diskutierten Messung befand sich die Experimentierplattform des Kryostaten bei einer Temperatur von etwa 23 mK. Die Temperatur wurde durch die in Abschnitt 5.4 beschriebene Regelung konstant gehalten. Die Temperaturstabilität des Kryostaten ist durch die Standardabweichung der Regelschwankungen gegeben und besitzt bei der durchgeführten Messung einen Wert von $\sigma(T) \simeq 15 \mu\text{K}$. Die Temperatur auf der Oberfläche des SQUID-Chips liegt bei 35 mK, da die Shunt-Widerstände des SQUIDs Leistung dissipieren und die dabei entstehende Wärme nur schlecht an das Wärmebad der FAA-Salzpille abgeführt werden kann. Die wahre Sensortemperatur lässt sich, wie in Abschnitt 7.5 beschrieben, durch eine Magnetisierungsmessung ermitteln.

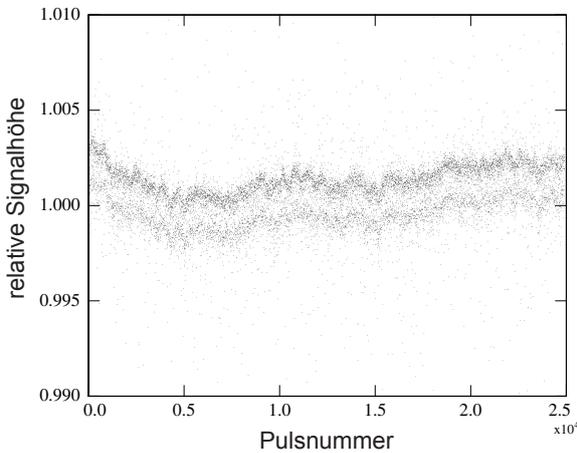


Abbildung 7.15: Relative Signalhöhe als Funktion der Pulsnummer.

In Abbildung 7.15 ist die relative Signalhöhe als Funktion der Pulsnummer dargestellt. Es handelt sich hierbei um die Ereignisse der K_α -Linie von Mangan, denen eine relative Signalhöhe von etwa eins zugeordnet ist, da der Referenzpuls, aus dem der optimale Filter konstruiert wurde, durch Mittelung der hier gezeigten Ereignisse entstanden ist. Man erkennt als Unterstruktur die durch die Feinstruktur-Aufspaltung erzeugte $K_{\alpha 1}$ - und $K_{\alpha 2}$ -Linie. Die $K_{\alpha 1}$ -Linie erscheint auf Grund des wahrscheinlicheren Übergangs etwas intensiver. Auch lässt sich deutlich die Lücke zwischen den beiden Linien erkennen. Die Messung wurde über einen Zeitraum von etwa drei Stunden durchgeführt. Die relative Signalhöhe weist recht starke Schwankungen auf. Da die Signalhöhe direkt mit der Sensortemperatur verbunden ist, kann man eine Abschätzung für die Temperaturstabilität des Sensors mit Hilfe der Abbildung 7.15 geben. Für die Schwankungen ΔA der relativen Signalhöhe A kann die Gleichung

$$\frac{\Delta A}{A} = \frac{d(\delta\Phi/\delta E)}{dT} \frac{T}{(\delta\Phi/\delta E)} \frac{\Delta T}{T} \quad (7.4)$$

angegeben werden. Dabei sind die ersten beiden Brüche gleich dem Ausdruck für die

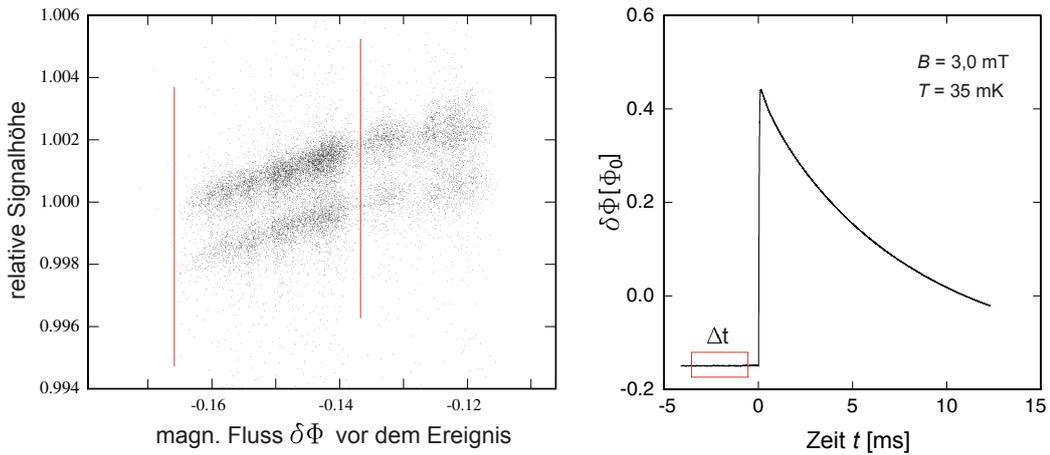


Abbildung 7.16: (links) Relative Signalthöhe als Funktion des magnetischen Flusses $\delta\Phi$ vor dem Ereignis. (rechts) Zeitlicher Verlauf eines einzelnen Röntgenquants.

Empfindlichkeit des Detektors $d \log(\delta\Phi/\delta E)/d \log(T)$ und hat damit etwa den Wert -1 . Für eine Schwankung der relativen Signalthöhe um $0,2\%$ bei einer Temperatur von 35 mK kann man die Temperaturschwankungen $\Delta T \simeq T \Delta A/A$ berechnen. Man erhält einen Wert von $70 \mu\text{K}$, der weit über dem für eine hohe Energieauflösung geforderten Wert von etwa $2 \mu\text{K}$ liegt (siehe auch Abschnitt 5.4). Betrachtet man recht kurze Zeitfenster, in denen die Signalthöhe relativ konstant ist, so ergibt eine Analyse der Energiewerte, dass der Detektor trotzdem eine hohe Energieauflösung von unter $\Delta E_{\text{FWHM}} = 3 \text{ eV}$ besitzt. Auf Grund der geringen Statistik ist die Aussagekraft jedoch zweifelhaft.

Eine genaue Betrachtung des Problems hat gezeigt, dass die Temperaturregelung zwar eine Stabilisierung der Temperatur der FAA-Salzpille auf einen Wert von etwa $15 \mu\text{K}$ im hier diskutierten Experiment erlaubt, dass diese jedoch nicht mit der Temperaturstabilität des Sensors korreliert ist. Es ist aber möglich, eine zusätzliche Information über die Temperatur des Sensors zu erhalten und damit die Signalthöhen in Abhängigkeit von der Sensortemperatur zu korrigieren. Dazu darf sich im Signalkanal kein Hochpass befinden. Die Signale werden mit ihrem Gleichspannungsanteil digitalisiert, der ein Maß für die Magnetisierung des Sensors ist. Die Magnetisierung ist mit der Temperatur des Sensors verknüpft, in erster Näherung gilt $M \propto 1/T$. Bei der Digitalisierung wird für jedes Ereignis die Pulsform in einem definierten Zeitfenster aufgenommen, dabei befinden sich etwa 25% des Zeitfensters vor dem Triggerzeitpunkt (siehe rechts in Abbildung 7.16). Das darin enthaltene Signal vor dem Ereignis kann für die Korrektur der Sensor-Temperatur verwendet werden.

In Abbildung 7.16 ist links die relative Signalthöhe als Funktion des magnetischen Flusses $\delta\Phi$ vor dem Ereignis dargestellt. Man erkennt deutlich einen Zusammenhang zwischen relativer Pulshöhe und dem magnetischen Fluss $\delta\Phi$ vor dem Ereignis. Auch lassen sich die $K_{\alpha 1}$ - und $K_{\alpha 2}$ -Linie sehr gut voneinander unterscheiden. Es ist nun möglich, die Temperaturdrift zu korrigieren. Hierbei wurde der Bereich zwischen den

beiden senkrechten Linien mit der großen Häufung an Ereignissen für die weitere Signalanalyse verwendet.

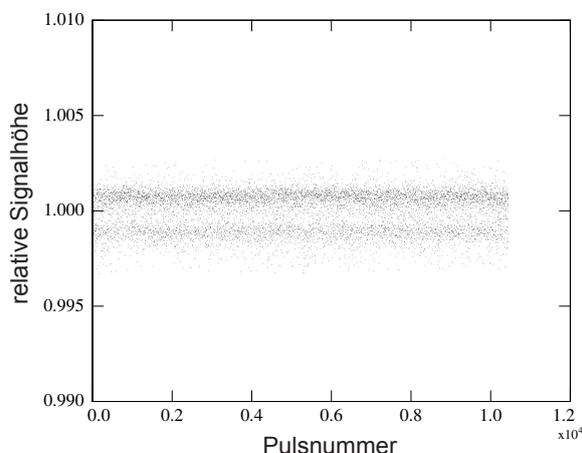


Abbildung 7.17: Relative, temperaturkorrigierte Signalthöhe als Funktion der Pulsnummer.

In Abbildung 7.17 ist das Ergebnis der durchgeführten Korrektur der Signalthöhe gezeigt. Es ist die relative, temperaturkorrigierte Signalthöhe als Funktion der Pulsnummer dargestellt. Man erkennt deutlich die Verbesserung in der Stabilität der Signalthöhe gegenüber der Abbildung 7.15. Man kann die $K_{\alpha 1}$ - und $K_{\alpha 2}$ -Linie über die gesamte Messdauer eindeutig voneinander unterscheiden. Die Lücke zwischen den beiden Linien ist sehr ausgeprägt. Ausgehend von diesen Daten, wurde das in Abbildung 7.12 gezeigte Röntgenspektrum der K_{α} -Linie von Mangan erzeugt. Die Analyse der Energieauflösung des Detektors ergibt einen Wert von $\Delta E_{\text{FWHM}} = 2,7 \text{ eV}$.

7.12 Energieauflösung aus der Analyse des Rauschens

Im nun folgenden Abschnitt soll eine Abschätzung für die Energieauflösung eines magnetischen Kalorimeters aus dem Rauschen des Detektorsignals durchgeführt werden und die einzelnen Beiträge des Rauschens zur Energieauflösung diskutiert werden. Während der oben diskutierten Messung wurden neben dem zeitlichen Verlauf der Signale bei der Absorption einzelner Röntgenquanten auch nach jedem zweiten Ereignis das Ruhesignal des Detektors aufgezeichnet. In der nun folgenden Analyse wollen wir annehmen, dass das Rauschen des Detektors stationär sein soll. Das heißt, dass sich das Rauschen, das dem Signalverlauf eines detektierten Röntgenquants überlagert ist, nicht auf systematische Weise von dem Rauschen der aufgezeichneten Ruhesignale unterscheidet. Für die nun folgende Abschätzung wurde zu jedem Ruhesignal der Verlauf des Musterpulses addiert. Anschließend wurde auf die so generierten Signale der Auswertalgorithmus des optimalen Filters angewendet. Man erhält als Ergebnis eine Reihe von Energiewerten, die um die Energie des Musterpulses verteilt sind.

In Abbildung 7.18 ist ein Histogramm der Verteilung der Energiewerte dargestellt. Die Energiewerte sind in Energieintervalle der Breite $0,12 \text{ eV}$ eingeordnet, wo-

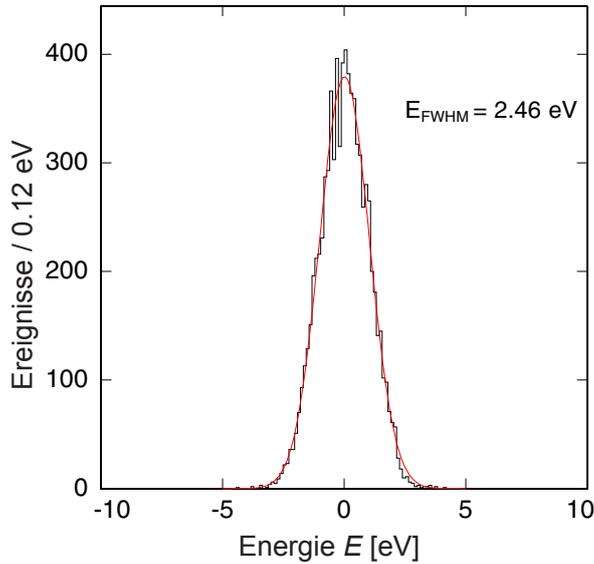


Abbildung 7.18: Histogramm der Verteilung der Energiewerte, die durch Addition des Musterpulses zu jedem Ruhesignal entstanden sind.

bei zuvor die Energie des Musterpulses subtrahiert worden ist. Ebenfalls ist eine Gauß-Verteilung mit der Halbwertsbreite $\Delta E_{\text{FWHM}} = 2,46 \text{ eV}$ dargestellt. Die gemessene Verteilung der Energiewerte stimmt qualitativ gut mit der Gauß-Verteilung überein. Zu der Breite dieser Verteilung tragen alle Anteile des Rauschens bei, die im elektronischen Signal des Detektors vorhanden sind. Zu diesen zählen das Rauschen des SQUIDs, das intrinsische Rauschen des Sensors, aber auch Netzbrummen, Vibrationen oder ähnliche parasitäre Einflüsse. Hinreichend langsame Temperaturschwankungen tragen zu der Breite dieser Verteilung nicht bei, da die gewonnene Linie äquivalent zur Linienform des Detektors bei der Energie $E = 0$ ist. Eine Variation der Arbeitstemperatur des Detektors ist deshalb in erster Ordnung unwichtig.

Der aus dem Rauschen des Detektorsignals ermittelte Wert für Abschätzung, $\Delta E_{\text{FWHM}} = 2,46 \text{ eV}$, kann mit dem aus dem gemessenen Spektrum ermittelten Wert für die Energieauflösung von $\Delta E_{\text{FWHM}} = 2,70 \text{ eV}$ verglichen werden. Daraus lässt sich ein zusätzlicher Beitrag zur Energieauflösung von $\Delta E_{\text{FWHM}} \simeq 1,1 \text{ eV}$ bei einer Energie von $5,9 \text{ keV}$ berechnen.

Für eine Abschätzung der einzelnen Beiträge ist es notwendig, die Signalform und die Eigenschaften des Detektors zu kennen. Der Detektor befand sich bei einer Temperatur von 35 mK . Die Höhe des Signals bei der Absorption eines Röntgenquants mit einer Energie von $5,9 \text{ keV}$ beträgt etwa $0,55 \Phi_0$. Das 'wahre' Signal steigt mit etwa $1 \mu\text{s}$ an, was in etwa der Elektronen-Spin-Relaxationszeit entspricht. In Wirklichkeit lässt sich der 'wahre' Signalanstieg aber nicht direkt beobachten, da man zum einen durch die Signal-Folge-Geschwindigkeit der SQUID-Elektronik und zum anderen durch den verwendeten 10 kHz Tiefpass beschränkt ist. Für die Abfallszeit des Signals wurde ein Wert von $8,1 \text{ ms}$ gemessen. Die Wärmekapazität des Sensor beträgt $0,85 \text{ pJ/K}$ und die des Absorbers $0,41 \text{ pJ/K}$ bei einer Temperatur von 35 mK .

Für die in Abschnitt 7.11 durchgeführte Korrektur der Signalhöhe wurde eine Abschätzung der Temperatur des Sensors aus dem magnetischen Flusssignal vor einem Ereignis gewonnen. Die Unsicherheit in der Abschätzung der Temperatur kann mit Hilfe des betrachteten Zeitbereichs von $\Delta t \simeq 3 \text{ ms}$ abgeschätzt werden (siehe auch Abbildung 7.16). Dabei tragen Frequenzen von mehr als etwa $1/\Delta t$ nicht bei, da sie sich im genannten Zeitbereich auf Grund ihrer symmetrischen Verteilung herausmitteln. Auch tragen Temperaturschwankungen mit Frequenzen unter 30 Hz nicht mehr zu der Unsicherheit bei der Temperaturbestimmung bei, da die aufgezeichneten Zeitfenster nur eine Länge von 16 ms haben und derartige Temperaturfluktuationen in dem verwendeten Zeitfenster nahezu nicht erkennbar sind. Für die Unsicherheit in der Abschätzung der Temperatur ist es daher sinnvoll einen Frequenzbereich von 30 Hz bis etwa 600 Hz zu betrachten. Die Schwankungen des magnetischen Flusses $\Delta\Phi$ können über

$$\Delta\Phi = \sqrt{\int_{30 \text{ Hz}}^{600 \text{ Hz}} S_{\Phi}(f) df} . \quad (7.5)$$

berechnet werden. Dabei ist $S_{\Phi}(f)$ die Leistungsdichte des magnetischen Flussrauschens bei der Frequenz f . Das magnetische Flussrauschen erhält man durch eine Fouriertransformation der aufgezeichneten Ruhesignale. Für die Unsicherheit in der Abschätzung der Temperatur ergibt sich damit

$$\Delta T = \Delta\Phi \frac{1}{\delta\Phi/\delta E} \frac{1}{C_s + C_a} . \quad (7.6)$$

Setzt man die oben genannten Größen ein, so erhält man für die Unsicherheit in der Abschätzung der Temperatur $\Delta T_{\text{rms}} \simeq 0,25 \mu\text{K}$. Daraus lässt sich der Beitrag zur Energieauflösung mit $\Delta E_{\text{FWHM}} = 0,1 \text{ eV}$ angeben.

Dieser Wert erklärt natürlich den Unterschied zwischen den ermittelten Werten für die Energieauflösung aus dem Spektrum ($\Delta E_{\text{FWHM}} = 2,7 \text{ eV}$) und aus dem Rauschen ($\Delta E_{\text{FWHM}} = 2,46 \text{ eV}$) nicht. Es ist jedoch anzumerken, dass es eine gewisse Unsicherheit bei der Bestimmung der Steigung der Ausgleichgeraden gibt, mit der die in Abbildung 7.16 (links) gezeigten Daten anschließend korrigiert worden sind.

An dieser Stelle soll erwähnt werden, dass es die Möglichkeit einer leichten Ortsabhängigkeit der Pulshöhe geben könnte. Je nach dem, an welcher Stelle ein Röntgenquant auf den Absorber trifft, könnte die Pulshöhe leicht variieren. Dieser Effekt ist auf dem Niveau von 1 eV noch nicht überprüft worden. Bei früheren Messungen wurde eine Ortsabhängigkeit nicht beobachtet [Lin03] [Fle03].

Wie bereits erörtert stellt der magnetischen Fluss vor dem Ereignis ein Maß für die Temperaturinformation des Sensors dar. Der magnetische Fluss innerhalb der SQUID-Schleife des Magnetometers hängt jedoch nicht nur von der Temperatur des Sensors ab. So können z.B. äußere Felder zu einer Änderung des magnetischen Flusses

führen. Auch können kleine Änderungen des Widerstandes der Kupfer-Zuleitungen mit der Änderung des Heliumfüllstands zu einer scheinbaren Änderung des magnetischen Flusses im SQUID führen. Im Aufbau des gesamten Experimentes und bei den durchgeführten Messungen ist natürlich versucht worden, all diese parasitären Effekte so gering wie möglich zu halten. Jedoch ist auf dem Niveau der hier diskutierten Energieauflösung ein solcher Einfluss nicht vollständig auszuschließen. Dieser würde dann die strenge Korrelation zwischen der relativen Pulshöhe und dem magnetischen Fluss vor dem Ereignis ausschmieren. Dadurch ist auch die Korrektur der Pulshöhen mit einer zusätzlichen Unsicherheit behaftet. Im Gegensatz zu einer leichten Ortsabhängigkeit ist der eben beschriebene Einfluss auf die Pulshöhe viel wahrscheinlicher, so dass der hier diskutierte Unterschied in der Linienbreite bei 0 keV und 5,9 keV nicht als Beweis für die Existenz einer Ortsabhängigkeit der Detektorantwortsfunktion angesehen werden sollte.

Die einzelnen Beiträge, die in der Abschätzung für die Energieauflösung von $\Delta E_{\text{FWHM}} = 2,46 \text{ eV}$ eingehen, sollen an dieser Stelle aufgelistet werden. Zum einen tragen die thermodynamischen Energiefluktuationen zwischen den Subsystemen des Detektors mit einem Beitrag von $\Delta E_{\text{FWHM}} \simeq 0,38 \text{ eV}$ zu Energieauflösung bei. Die Berechnung kann mit dem schon in Abschnitt 4.5 verwendeten Ausdruck (4.11) durchgeführt werden. Für die Abfallszeit wird an dieser Stelle der im Experiment gemessene Wert von 8,1 ms verwendet.

Ein weiterer Beitrag zur Energieauflösung des Detektors ist durch das Rauschen des SQUID-Magnetometers gegeben. Das magnetische Flussrauschen setzt sich aus einem Anteil aus weißem Rauschen von etwa $1 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$ und einem Anteil aus $1/f$ -Rauschen mit einer Größe von etwa $3 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$ bei 1 Hz zusammen. Für die Beiträge der thermodynamischen Energiefluktuationen und des Rauschens des SQUID-Magnetometers zur Energieauflösung des Detektors erhält man zusammen einen Wert von $\Delta E_{\text{FWHM}} \simeq 1,14 \text{ eV}$.

Ein weiterer Beitrag ist durch das beobachtete $1/f$ -Rauschen der magnetischen Momente im Sensormaterial gegeben. Das Rauschen nimmt mit steigender Erbium-Konzentration im Sensormaterial zu. Entsprechende Messungen findet man z.B. in [Dan05]. Das $1/f$ -Rauschen besitzt eine Größe von $30 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$ bei 1 Hz. Daraus ergibt sich ein zusätzlicher Beitrag zur Energieauflösung des Detektors von $\Delta E_{\text{FWHM}} \simeq 1,12 \text{ eV}$.

Insgesamt ergibt sich daraus für alle oben aufgezählten Beiträge ein Wert von $\Delta E_{\text{FWHM}} \simeq 1,6 \text{ eV}$. Dieser steht dem gemessenen Wert von $\Delta E_{\text{FWHM}} \simeq 2,46 \text{ eV}$ aus dem Rauschen des Detektorsignals gegenüber. Es scheint einen weiteren Beitrag von $\Delta E_{\text{FWHM}} \simeq 1,85 \text{ eV}$ zu geben, der somit auch der größte Einzelbeitrag ist. Aus den während der Messung aufgezeichneten Ruhesignalen des Detektors kann durch Fouriertransformation ein Frequenzspektrum des Rauschens berechnet werden. Dieses Spektrum besitzt eine Frequenzauflösung von etwa 60 Hz, auf Grund des 16 ms langen Zeitfensters, und es beinhaltet einen weiteren Beitrag, der eine Abhängigkeit von der Frequenz mit $S_\Phi \propto 1/f^2$ besitzt. Die Größe des Rauschens kann mit et-

wa $900 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$ bei 1 Hz abgeschätzt werden. Die Ursache hierfür ist jedoch nicht eindeutig geklärt.

Eine mögliche Erklärung könnten fluktuierende Heizleistungen auf der Chip-Oberfläche des SQUIDs sein. Diese führen zu einer fluktuierenden Temperatur des Sensors und damit, auf Grund der temperaturabhängigen Magnetisierung des Sensor-material, auch zu einem fluktuierenden Fluss in der Detektionsschleife des SQUID-Magnetometers. Ein solcher Effekt wurde in [Sch00] schon beobachtet. Das daraus resultierende Rauschen zeigt ebenfalls eine Abhängigkeit von der Frequenz mit $S_\Phi \propto 1/f^2$. Der Effekt lässt sich durch die Verwendung von zwei Sensoren in einem symmetrisch bestückten Gradiometer unterdrücken, wobei es aber durch das Vorhandensein eines zusätzlichen Sensors zu entsprechenden sensorintrinsic Beiträgen zum Rauschen und somit zur Linienbreite kommt.

Eine weitere mögliche Erklärung für die Ursache des zusätzlichen Beitrags könnte dadurch gegeben sein, dass es immer ein vorangegangenes Ereignis gibt, auf dessen Flanke das getriggerte Ereignis sitzt. Es wurde zwar in der oben gezeigten Messung versucht sicherzustellen, dass es vor jedem getriggerten und aufgezeichneten Ereignis während mehr als fünf Abklingzeiten des Signals keine weiteren Ereignisse gab. Trotzdem kann der Effekt, zusammen mit einer langsam driftenden Arbeitstemperatur, zu einem niederfrequenten Beitrag zum Rauschen führen.

Eine weitere mögliche Erklärung für die Ursache eines Teils dieses niederfrequenten Beitrags zum Rauschen sind Störungen bei diskreten Frequenzen. Dazu gehören zum einen das Netzbrummen bei 50 Hz und höheren Harmonischen. Zum anderen hat die getaktete Auslesung der Widerstandsbrücke mit einem Analog-Digital-Wandler eventuell ein Übersprechen auf das Detektorsignal zur Folge. Basierend auf dem Frequenzspektrum, das aus den aufgezeichneten Ruhesignalen des Detektors durch Fourietransformation gewonnen worden ist, ist es jedoch unmöglich, die einzelnen Beiträge zu trennen, da die Zeitfenster mit einer Länge von 16 ms aufgezeichnet worden sind und damit die Frequenzauflösung etwa 60 Hz beträgt.

7.13 Linearität

Eine wichtige Eigenschaft eines Detektors ist die Linearität der Amplitude der Detektorantwort auf Energieeinträge unterschiedlicher Größe. Um diese zu untersuchen, können z.B. die Energien von charakteristischen Linien in einem gemessenen Spektrum mit den erwarteten Linien verglichen werden. Im Idealfall sollten die gemessenen Energien keine Abweichungen gegenüber den erwarteten Energien haben. In der Realität sind aber viele Röntgenspektrometer nicht exakt linear.

Für das in dieser Arbeit beschriebene magnetische Kalorimeter ist in Abbildung 7.19 (oben) die relative Signalamplitude A gegenüber der erwarteten Energie E nach [Höl97] für die K_α -Linie, die K_β -Linie von ^{55}Mn und die beiden bereits in Abschnitt 7.8 erwähnten zusätzlichen Linien aufgetragen. Die relative Signalamplitude A ist

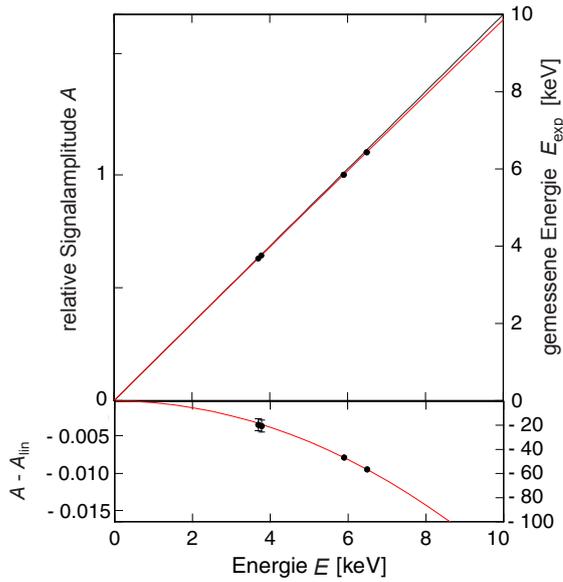


Abbildung 7.19: (oben) Relative Signalamplitude A gegen die erwartete Energie E nach [Höl197] für die K_α -Linie, K_β -Linie von ^{55}Mn und die beiden zusätzlichen Linien, die mit dem in dieser Arbeit verwendeten magnetischen Kalorimeter nachgewiesen wurden. (unten) Abweichung der Signalamplitude gegenüber der erwarteten Energie.

durch die Änderung des magnetischen Flusses normiert auf einen Referenzpuls bei 5,9 keV mit $A = \delta\Phi(E)/\delta\Phi(5,9 \text{ keV})$ gegeben. Im Fall eines linearen Zusammenhangs würden die gemessenen Punkte exakt auf der schwarzen Geraden liegen. Die Punkte befinden sich aber um ein in dieser Auftragung kaum wahrnehmbares Stück unterhalb der Geraden. Der Verlauf kann durch eine gekrümmte (rote) Kurve beschrieben werden. Die Änderung des magnetischen Flusses $\delta\Phi$ wird in der quadratischer Näherung durch den Ausdruck

$$\delta\Phi \simeq \frac{\partial\Phi}{\partial E} \delta E + \frac{1}{2} \frac{\partial^2\Phi}{\partial E^2} \delta E^2 \quad (7.7)$$

beschrieben, wobei es in dieser Ordnung erlaubt ist, $\delta E \simeq C\delta T$ zu setzen. Die relative Signalamplitude A kann in einen Ausdruck für die gemessene Energie E_{exp} umgewandelt werden. Diese ist ebenfalls in Abbildung 7.19 an der rechten Achsenbeschriftung dargestellt. Für die gemessene Energie E_{exp} kann die Gleichung

$$E_{\text{exp}} = \left(1 + \eta(E_0) \frac{E}{E_0}\right) E \quad (7.8)$$

angegeben werden. Dabei ist E die im Detektor deponierte Energie und $\eta(E_0)$ der Vorfaktor für den Korrekturterm, der die Nichtlinearität beschreibt. Ein Vergleich mit (7.7) zeigt, dass dieser durch den Ausdruck

$$\eta(E_0) = \frac{1}{2} \frac{\partial^2\Phi}{\partial E^2} \frac{\partial E}{\partial\Phi} E_0 \quad (7.9)$$

gegeben ist. Der Term $(\partial^2\Phi)/(\partial E^2)$ kann unter der Annahme von $\delta E \simeq C\delta T$ zu $\partial/\partial(C\delta T)(\partial\Phi/\partial E) = 1/C \partial/\partial T(\delta\Phi/\delta E)$ umgeschrieben werden.

Die Abweichungen vom linearen Verhalten sind im unteren Teil der Abbildung 7.19 dargestellt. Sie betragen für die K_α -Linie 46,8 eV und für die K_β -Linie 56,6 eV. Damit weicht die Signalgröße des hier diskutierten magnetischen Kalorimeters bei einer Röntgenenergie von 5,9 keV bzw. 6,5 keV nur um $\eta \simeq -0,8\%$ bzw. $\eta \simeq -0,9\%$ von dem im Limes kleiner Energien geltendem linearen Zusammenhang ab. Es ist an dieser Stelle anzumerken, dass das gemessene Röntgenspektrum von ^{55}Mn , welches in Abbildung 7.12 dargestellt ist, nicht auf die Abweichung in der Linearität korrigiert worden ist. Die Abweichung ist so klein, dass sie nicht zu einer Deformation des Spektrums führen würden und somit bei der Analyse der Energieauflösung nur zu einem etwa 1% größeren Wert für ΔE_{FWHM} führen würde. Dieser Wert liegt innerhalb der Unsicherheit in der ermittelten Energieauflösung.

Für die beiden bereits in Abschnitt 7.8 erwähnten zusätzlichen Linien bei den Energien von 3,695 keV bzw. 3,775 keV wird die Abweichung ebenfalls gut von dem Verlauf der gekrümmten (roten) Kurve beschrieben. Auf Grund der geringen Statistik ist der Mittelpunkt der Linien nicht exakt bestimmbar, sondern kann nur mit einem Fehler von etwa 5 eV angegeben werden. Deshalb sind an dieser Stelle explizit Fehlerbalken eingezeichnet.

Die Abweichung der relativen Signalamplitude von einem linearen Verhalten hat ihre Ursache im kalorimetrischen Detektionsprinzip. Bei einem Energieeintrag kommt es zu einer Temperaturerhöhung im Sensor. Damit ändern sich auch die Eigenschaften wie die Wärmekapazität C des Sensors und die Abhängigkeit der Magnetisierung von der Temperatur $\partial M/\partial T$. Dieses führt zu einer geringen Reduzierung der Signalgröße gegenüber dem linearen Zusammenhang $\delta\Phi \propto \delta E$. Diese Reduzierung lässt sich berechnen. Die Temperaturerhöhung ist durch den Ausdruck $\delta T = \delta E/C_{\text{tot}}$ gegeben. Für den hier diskutierten Detektor ist die Wärmekapazität des Sensors bei einer Temperatur von 35 mK etwa $C_{\text{sensor}} \simeq 0,85 \text{ pJ/K}$ und für den Absorber etwa $C_{\text{absorber}} \simeq 0,41 \text{ pJ/K}$. Das ergibt eine gesamte Wärmekapazität C_{tot} von etwa 1,26 pJ/K. Bei der Absorption eines Röntgenquants mit einer Energie von 6,490 keV (K_β -Linie) kommt es damit zu einer Temperaturerhöhung von etwa 1 mK. Mit Hilfe der in Abbildung 7.9 dargestellten gemessenen Signalhöhen lässt sich über (7.8) und (7.9) eine Abschätzung für den erwarteten Signalverlust ermitteln. Die Temperatur des Sensors ändert sich durch den Wärmeeintrag von 35 mK auf 36 mK. Dadurch sinkt die Signalhöhe $\delta\Phi$ bei der um 1 mK höheren Temperatur entsprechend. Die Werte für die Signalhöhe und deren Ableitungen nahe der Temperatur können aus der Abbildung direkt entnommen werden. Es ergibt sich für die Reduzierung der Signalgröße ein Wert von etwa 0,8%, was gut mit der im Experiment beobachteten Abweichung von dem linearen Verhalten übereinstimmt.

7.14 Magnetisches Kalorimeter mit einer mäanderförmigen Detektionsspule

An dieser Stelle soll nun ein kurzer Ausblick auf das Konzept eines magnetischen Kalorimeters mit einer mäanderförmigen Detektionsspule gegeben werden. Bei einem magnetischen Kalorimeter mit einer mäanderförmigen Detektionsspule ist die Kopplung zwischen den magnetischen Momenten des Sensormaterials und der Detektionsschleife besonders gut, da sich die magnetischen Momente an allen Stellen des Sensormaterials in einem geringen Abstand zu den mäanderförmigen Detektionsschleifen befinden. Durch eine Optimierung der geometrischen Parameter lässt sich die Signalhöhe für den gewünschten Energiebereich entsprechend maximieren. Unter anderem bietet diese Geometrie die Möglichkeit von großen Absorptionsflächen und großen Absorberwärmekapazitäten bei gleichzeitig guter Energieauflösung.

Das Konzept eines magnetischen Kalorimeters mit einer mäanderförmigen Detektionsspule ist in den letzten Jahren in der Heidelberger Tieftemperaturdetektorgruppe entwickelt worden. Dazu wurden eine Reihe von photolithographischen Techniken erlernt und angewendet. Inzwischen ist es möglich, im Reinraum einen mehrlagigen Prozess zur Herstellung eines kompletten mäanderförmigen Detektors durchzuführen. Es sei an dieser Stelle angemerkt, dass die Änderung des magnetischen Flusses über einen Flusstransformator in einem separaten SQUID-Chip gemessen wird. Auch ist es inzwischen möglich, das Sensormaterial Au:Er direkt auf den Mäander aufzusputtern, ohne dass sich die Eigenschaften des Sensormaterials grundlegend verändern. Bei früheren Versuchen hatten sich die Eigenschaften des Sensormaterials vor allem bei tiefen Temperaturen stark von dem erwarteten Verhalten unterschieden. Eine Ursache lag vermutlich in der Oxidation des Erbiums und dem damit verbundenen geringeren paramagnetischen Verhalten des Sensormaterials.

Für ein magnetisches Kalorimeter mit einer mäanderförmigen Detektionsspule wurden eine Reihe von Experimenten durchgeführt. Unter anderem wurde das β -Spektrum von ^{36}Cl , das β -Spektrum von ^{187}Re (Rhenium) und das Spektrum einer Fluoreszenzquelle (siehe auch Abbildung 7.21) untersucht. In Abbildung 7.20 ist ein mikroskopisches Bild eines dc-SQUIDs vom Typ MagCal Nr.14 mit mäanderförmigen Detektionsspulen dargestellt. In diesem speziellen Fall wird die Änderung des magnetischen Flusses nicht über einen Flusstransformator in einen separaten SQUID-Chip eingekoppelt, sondern die Induktivität des SQUIDs ist als mäanderförmige Detektionsspule ausgeführt. Es ist in Zusammenarbeit mit der IPHT Jena entwickelt worden und wurde von Daniel Haug [Hau06] im Rahmen seiner Diplomarbeit charakterisiert.

Neben dem mikroskopischen Bild ist auch eine schematische Darstellung des Verlaufs der Leiterbahnen zum besseren Verständnis des mikroskopischen Bildes gezeigt. Der Aufbau besteht aus zwei mäanderförmigen Detektionsspulen, die parallel zu einander verschaltet sind. Ebenfalls parallel dazu befindet sich eine supraleitende Leiterbahn mit den beiden Josephson-Kontakten des SQUIDs. Die Mäander bestehen aus jeweils acht Streifen, die eine Breite von $w = 20 \mu\text{m}$ besitzen. Der Abstand der Mit-

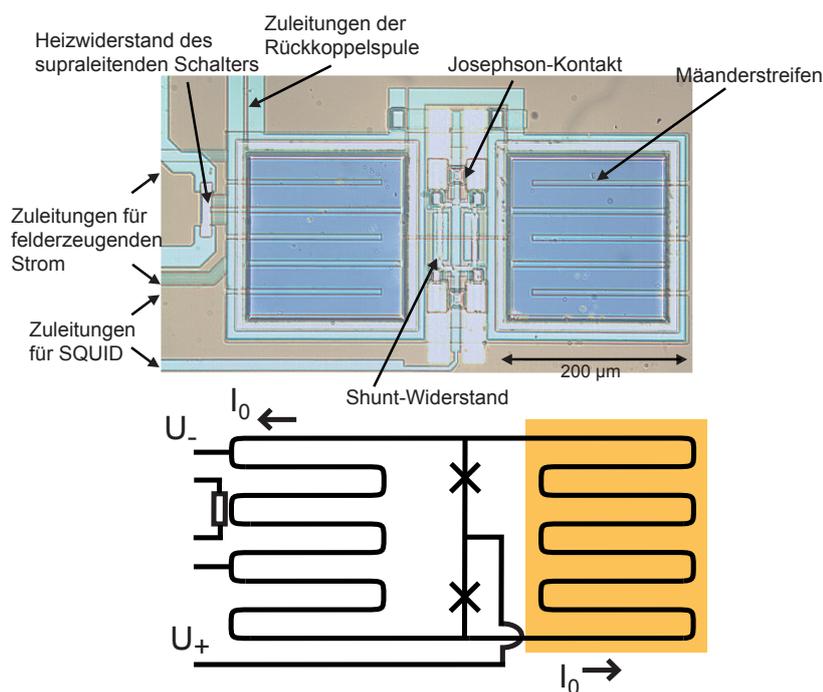


Abbildung 7.20: (oben) Mikroskopisches Bild eines dc-SQUIDs vom Typ MagCal Nr.14 mit mäanderförmigen Detektionsspulen (mit freundlicher Genehmigung von V. Zakosarenko, R. Stolz, H.G. Meyer, IPHT Jena). (unten) Schematische Darstellung des Verlaufs der Leiterbahnen zum besseren Verständnis des mikroskopischen Bildes.

ten zweier benachbarter Streifen ist $p = 25 \mu\text{m}$. Auf der ca. $200 \mu\text{m} \times 200 \mu\text{m}$ großen Fläche eines Mäanders wurde als Sensor eine dünne Folie aus Au:Er aufgebracht, die selbst als Absorber für die nachzuweisenden Röntgenquanten dient. Die Spannung über dem SQUID wird zwischen U_- und U_+ gemessen. Die beiden mäanderförmigen Detektionsspulen werden von einem konstanten Dauerstrom I_0 durchflossen, der das für die Messung notwendige Magnetfeld erzeugt. Bei der Absorption eines Röntgenquants kommt es zu einer Änderung der Magnetisierung im Sensor. Die daraus resultierende Flussänderung im SQUID ist $\Delta\Phi_{\text{SQUID}} = 0,5 \Delta\Phi_{\text{Mäander}}$.

In Abbildung 7.21 ist das gemessene Röntgenfluoreszenzspektrum gezeigt, das mit Hilfe des hier diskutierten magnetischen Kalorimeters mit den beiden mäanderförmigen Detektionsspulen und integriertem dc-SQUID aufgezeichnet wurde. Der verwendete quadratische Au:Er-Sensor besitzt eine Seitenlänge von ca. $200 \mu\text{m}$, eine Dicke von $5 \mu\text{m}$ und eine Erbiumkonzentration von 600 ppm. Es wurde nur ein Mäander mit einem Sensor bestückt, damit man die Magnetisierung des Sensors in Abhängigkeit von der Temperatur messen und mit theoretischen Vorhersagen vergleichen konnte. Der Detektor besitzt eine Gesamtwärmekapazität von $C_{\text{tot}} = 6,6 \text{ pJ/K}$, er wurde bei einer Temperatur von $T = 50 \text{ mK}$ betrieben und der eingespeißte Strom betrug $I_0 \simeq 109 \text{ mA}$.

Das gemessene Röntgenfluoreszenzspektrum besteht aus mehreren Linien, die sich

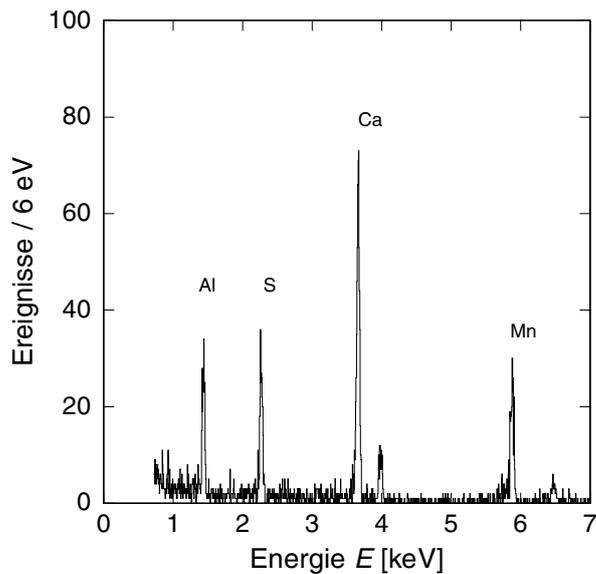


Abbildung 7.21: Röntgenfluoreszenzspektrum, das mit Hilfe des hier diskutierten magnetischen Kalorimeters mit einer mäanderförmigen Detektionsspule gemessen wurde.

gut unterscheiden lassen. Die einzelnen Linien können den Elementen Mangan (**Mn**: 5,9 keV und 6,5 keV), Kalzium (**Ca**: 3,7 keV und 4,0 keV), Schwefel (**S**: 2,3 keV und 2,5 keV) und Aluminium (**Al**: 1,5 keV) zugeordnet werden.

7.15 Messung von Röntgenfluoreszenzstrahlung im Pulsröhrenkühler

In einem Rasterelektronenmikroskop wird die Oberfläche einer Probe mit Elektronen beschossen. Besitzen die Elektronen eine Energie von einigen keV, so werden neben der entstehenden Bremsstrahlung, die aus einem Kontinuum bis zur Maximalenergie besteht, auch diskrete Linien erzeugt. Die Energien der diskreten Linien sind charakteristisch für die Elemente, aus denen die Probe besteht. Magnetische Kalorimeter können dazu verwendet werden, Röntgenfluoreszenzstrahlung mit einer sehr hohen Energieauflösung nachzuweisen. Durch die Analyse der Röntgenfluoreszenzstrahlung kann auf die chemische Zusammensetzung der Probe geschlossen werden. Auch ist es möglich, aus einer genauen Analyse der Linienform auf die chemische Bindung der beteiligten Elemente zu schließen. Dieses ist an Hand der K_{β} -Linie von ^{55}Mn in Abschnitt 7.10 gezeigt worden.

In einem gemeinsam mit dem IPHT-Jena und der Firma Vericold GmbH (Ismaning) durchgeführten BMBF-Projekt wurde für den Betrieb in einem Pulsröhrenkühler ein magnetisches Kalorimeter entwickelt, das aus einem SQUID mit integrierter Feldspule besteht. Der Detektor befindet sich am Ende des Kühlfingers des Pulsröhrenkühlers, der in ein kommerzielles Rasterelektronenmikroskop eingeführt werden kann. Die durch den Elektronenstrahl erzeugte Röntgenfluoreszenzstrahlung kann über mehrere Röntgenfenster auf den Detektor im Inneren des Kryostaten treffen (siehe auch Abbildung 5.3).

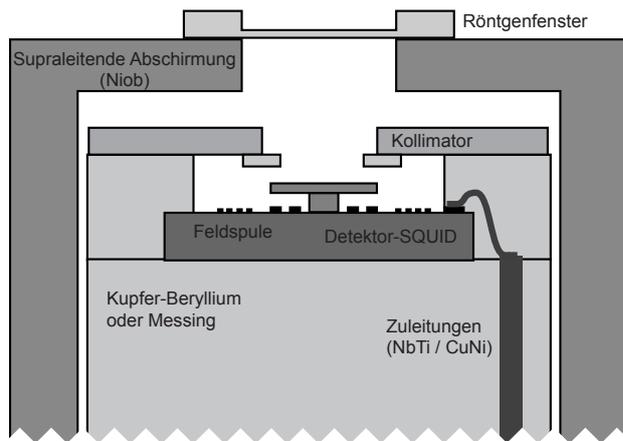


Abbildung 7.22: Schematisches Schnittbild des experimentellen Aufbaus eines magnetischen Kalorimeters. Der Detektor befindet sich in einem Pulsröhrenkühler am Ende des Kühlfingers.

In [Abbildung 7.22](#) ist ein schematisches Schnittbild des experimentellen Aufbaus eines magnetischen Kalorimeters dargestellt. Der gesamte Aufbau hat einen Durchmesser von nur 6 mm. Dieser ist im Wesentlichen durch die Anschlussverbindung zum Rasterelektronenmikroskop gegeben. Da sich der Detektor auf einer Temperatur von $T \simeq 50 \text{ mK}$ befindet, muss er von mehreren Strahlungsschilden gegenüber dem bei Zimmertemperatur arbeitenden Rasterelektronenmikroskop abgeschirmt werden. Die Röntgenstrahlung kann über mehrere Röntgenfenster, welche aus sehr dünnen Aluminiumfolien bestehen, auf den Detektor gelangen. Die räumliche Enge war einer der Gründe, weshalb ein SQUID mit einer integrierten Feldspule entwickelt wurde. Für eine externe Feldspule ist fast kein Platz vorhanden. Ein weiterer Grund für die integrierte Feldspule ist, dass es keine relative Bewegung zwischen der felderzeugenden Spule und dem Magnetometer gibt. Deshalb ist man unempfindlich gegenüber Vibrationen. Ebenso sind die Magnetfelder bei einer integrierten Feldspule stark lokalisiert, so dass es zu keiner Störung der Elektronenoptik des Rasterelektronenmikroskops kommen kann.

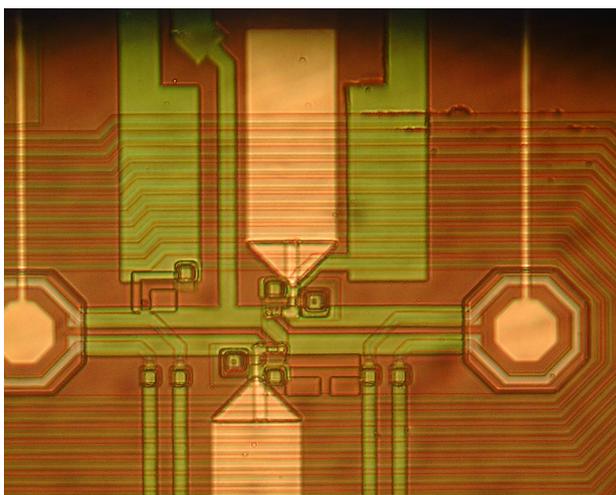


Abbildung 7.23: Mikroskopische Aufnahme eines Detektor-SQUIDs mit integrierter Feldspule.

Das SQUID ist mit Hilfe von Epoxidharz auf einen Halter aus Kupfer-Beryllium geklebt. Es steht über ein recht langes Kupferrohr in thermischem Kontakt zur FAA-

Salzpille. Der Au:Er -Sensor ist mit Epoxidhard innerhalb der Leiterschleife eines SQUIDs fixiert und mittels Ultraschall-Schweißverbindung mit einem quadratischen Absorber verbunden. Der Strahlengang ist durch einen Kollimator eingegrenzt, so dass die zu messenden Röntgenquanten nur auf den Absorber treffen und nicht auf der Oberfläche des SQUIDs absorbiert werden können.

Die Kontaktierung des SQUIDs erfolgt über dünne Aluminiumdrähte. Diese werden mit Hilfe von Ultraschallpulsen auf die Kontaktflächen des SQUIDs und auf die Stirnseiten von eingeklebten supraleitenden Drähten geschweißt. Auf Grund der räumlichen Enge ist die Verwendung einer Leiterplatte und anschließendes Verlöten der Zuleitungen nicht möglich. Die hier eingesetzte Technik hat sich als sehr robust und zuverlässig erwiesen.

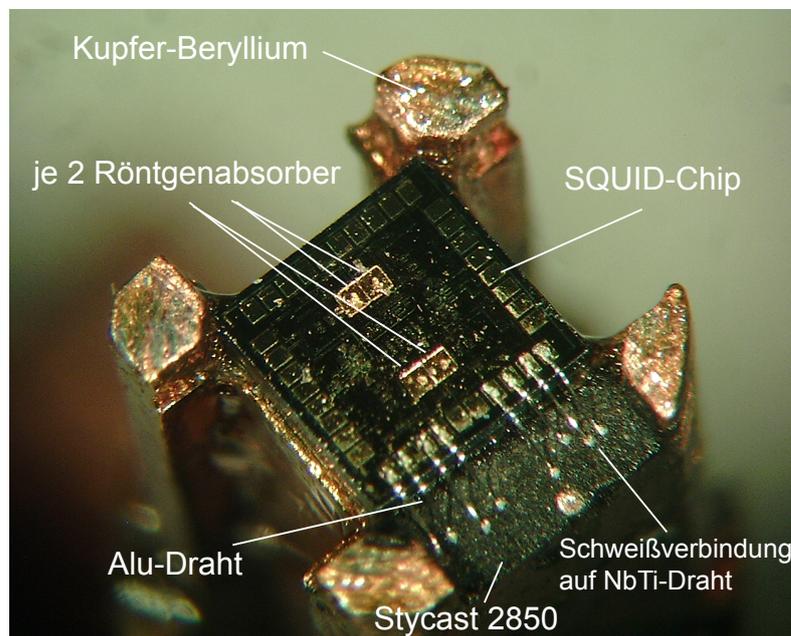


Abbildung 7.24: Photographische Aufnahme des experimentellen Aufbaus des magnetischen Kalorimeters am Ende des Kühlfingers eines Pulsröhrenkühlers mit Elektronenspin-Entmagnetisierungstufe.

In Abbildung 7.24 ist eine photographische Aufnahme des experimentellen Aufbaus eines magnetischen Kalorimeters gezeigt. Der quadratische Silizium-Chip besitzt eine Kantenlänge von etwa 2,5 mm und bedeckt damit schon fast die gesamte zur Verfügung stehende Stirnfläche des Halters aus Kupfer-Beryllium. Auf dem Silizium-Chip befinden sich insgesamt vier gradiometrische SQUID-Magnetometer mit jeweils einer integrierten Feldspule. Die Anschlüsse für ein SQUID und die dazugehörige Feldspule befinden sich an jeweils einer Seite des Silizium-Chips. Ein SQUID kann mit zwei Sensoren bestückt werden, so dass man insgesamt acht Röntgendetektoren erhält. In den hier in Abbildung 7.24 gezeigten SQUID-Chip wurden zwei SQUIDs mit jeweils zwei Sensoren und Absorbern bestückt, für die durchgeführten Messungen wurde jedoch nur ein SQUID mit zwei Sensoren und Absorbern ausgelesen. Auf dem

Silizium-Chip in Abbildung 7.24 kann man vier quadratische Absorber und ebenfalls die Abdrücke der darunterliegenden Sensoren erkennen. Am unteren rechten Rand des Siliziums-Chips befinden sich die zur Kontaktierung des SQUIDs verwendeten Aluminiumdrähte. Sie enden auf den Stirnseiten von supraleitenden Drähten, die in Epoxidharz eingegossen und anschließend flachgefeilt worden waren. Die vier herausragenden Eckpunkte des Halters wurden als Auflagefläche für einen geeigneten Kollimator verwendet werden. Der gesamte Aufbau wird zur Abschirmung von magnetischen Störungen von einer supraleitenden Niobhülle umgeben.

Mit Hilfe des Pulsröhrenkühlers wurde eine ganze Reihe von Experimenten zur Charakterisierung des neu entwickelten SQUIDs mit integrierter Feldspule durchgeführt. Erstmals wurden Prozesse zur Mikrostrukturierung im Reinraum und das Aufdampfen bzw. Sputtern von Gold für die Strukturierung von Absorbern erprobt. Auch wurden Experimente mit einem funktionierenden Detektor am Ende des Kühlfingers durchgeführt. Dabei stellte vor allem die thermische Entkopplung der den Kühlfinger umgebenden Strahlungsschilde untereinander eine besondere Schwierigkeit dar. Kam es auf Grund einer schlechten oder gerissenen Kevlar-Abspannung zu einem Kontakt zwischen den Strahlungsschilden, so führte die zusätzliche Wärmelast auf dem Kühlfinger zu einer recht hohen Arbeitstemperatur des Detektors. Daraus resultierten dann eine geringere Signalhöhe und eine damit verbundene schlechte Energieauflösung des Detektors. Auch kam es bei den beiden letzten Experimenten zu einem teilweisen Ablösen des Absorbers vom Sensor. Es konnten nur Pulse mit sehr langsamen Anstiegszeiten und einer sehr breiten Verteilung nachgewiesen werden, woraus sich kein hochauflösendes Spektrum erzeugen ließ. Auf Grund der im Rahmen des BMBF-Projektes zeitlich begrenzten Verfügbarkeit des Pulsröhrenkühlers ist es nicht möglich gewesen, mit einer hohen Energieauflösung Röntgenquanten nachzuweisen, die von einer sich bei Zimmertemperatur befindenden externen Röntgenquelle emittiert wurden. Auf die Präsentation der gemessenen Spektren soll daher an dieser Stelle verzichtet werden. Bei der Analyse des Rauschens des Detektorsignals wurde nur ein geringer zusätzlicher Beitrag zum erwarteten Rauschen trotz der starken Vibrationen, die durch den Betrieb des Pulsröhrenkühlers verursacht werden, festgestellt. Neben einem konstanten weißen Rauschen, das vom SQUID-Magnetometer erzeugt wurde, und einem von der Frequenz mit $1/f$ abhängigen Rauschens, das seine Ursache in den magnetischen Momenten des Sensors hat, wurde nur ein geringer zusätzlicher Beitrag gemessen. Prinzipiell ist es daher absehbar, dass auch in einem Pulsröhrenkühler Röntgenfluoreszenzstrahlung mit einer sehr hohen Energieauflösung mit Hilfe eines magnetischen Kalorimeters nachgewiesen werden kann.

8. Zusammenfassung

In der hier vorliegenden Arbeit wurde die Entwicklung eines metallischen magnetischen Kalorimeters für die hochauflösende Röntgenspektroskopie diskutiert. Es wurde zunächst ein kurzer Einblick in das Gebiet der Röntgenastronomie gegeben und die verschiedenen technischen Möglichkeiten aufgezeigt, mit denen man hochauflösende Röntgenspektroskopie betreiben kann. Dazu gehören neben den wellenlängenabhängigen Spektrometern auch Tieftemperaturdetektoren wie die Halbleiter-Thermistoren, die supraleitenden Phasenübergangsthermometer (TES), die supraleitenden Tunnelioden (STJ) und die metallischen magnetischen Kalorimeter.

Der in dieser Arbeit entwickelte Tieftemperaturdetektor basiert auf dem Konzept eines metallischen magnetischen Kalorimeters. Der Detektor besteht aus einem metallischen Röntgenabsorber und einem paramagnetischen Temperatursensor aus einer verdünnten Legierung aus Gold und dem Seltenerdenmetall Erbium. Beide Systeme stehen in gutem thermischen Kontakt zueinander und sind über eine hinreichend schwache thermische Ankopplung mit einem Wärmereservoir verbunden. Über die Temperaturabhängigkeit der Magnetisierung des paramagnetischen Sensors ist es möglich, die Temperatur des Kalorimeters zu messen. Ein Energieeintrag in den Detektor, z.B. durch ein absorbiertes Röntgenquant, führt zu einer Temperaturerhöhung im Sensor und damit zu einer Änderung der Magnetisierung. Diese wird mit Hilfe eines rauscharmen zweistufigen SQUID-Magnetometers präzise gemessen.

In der Diskussion der physikalischen Eigenschaften des Sensormaterials konnte gezeigt werden, dass die gemessene Magnetisierung und die gemessene Wärmekapazität des Sensormaterials in guter Übereinstimmung mit den theoretischen Voraussagen unter Berücksichtigung der vorhandenen Wechselwirkungen zwischen den magnetischen Momenten stehen. Durch die Kenntnis der physikalischen Eigenschaften des Sensormaterials und des Einflusses der Geometrie ist es möglich gewesen, eine Optimierung der Signalgröße zu erreichen. Die zu erwartende Signalgröße und die erwartende Magnetisierung konnten für das in dieser Arbeit entwickelte metallische magnetische Kalorimeter mit einem zylinderförmigen Sensor simuliert werden. Einige Parameter sind jedoch durch das zur Verfügung stehende SQUID-Magnetometer mit seinen gegebenen Detektionsschleifen festgelegt. Das in dieser Arbeit verwendete magnetische Kalorimeter besitzt einen zylindrischen Sensor mit einem Radius von $r = 25 \mu\text{m}$ und einer Höhe von $h = 8 \mu\text{m}$. Der Sensor besteht aus einer Legierung aus Gold und Erbium und hat eine Erbiumkonzentration von 600 ppm. Er ist mit einem metallischen Absorber aus Gold verbunden. Dessen Dicke beträgt $5 \mu\text{m}$ und der Absorber hat eine Fläche von $180 \times 180 \mu\text{m}^2$.

Die Experimente wurden bei tiefen Temperaturen in einem Heliumbad-Kryostaten und in einem Pulsröhrenkühler durchgeführt. Beide Kryostate verfügen über eine Elektronenspin-Entmagnetisierungsstufe. Der Detektor wurde bei einer Temperatur

von 35 mK und einem Magnetfeld von etwa 3,0 mT betrieben. Die Dicke des Absorbers war so gewählt, dass Röntgenquanten mit einer Energie von 6 keV mit einer Quanteneffizienz von mehr als 98 % im Absorber gestoppt werden können. Zur Charakterisierung der Eigenschaften des Detektors wurde das Röntgenspektrum einer ^{55}Fe -Quelle gemessen. Das Isotop ^{55}Fe zerfällt über einen Elektronen-Einfang-Prozess in ^{55}Mn . Die Energieauflösung des Detektors kann durch eine Analyse der gemessenen Linienform der K_α -Linie von Mangan bestimmt werden. Für das in dieser Arbeit entwickelte metallische magnetische Kalorimeter ergibt sich für die Energieauflösung eine instrumentelle Halbwertsbreite von $\Delta E_{\text{FWHM}} = 2,70 \pm 0,05 \text{ eV}$. Das entspricht einem Auflösungsvermögen des Detektors von $E/\Delta E_{\text{FWHM}} \simeq 2200$. Damit sind magnetische Kalorimeter neben den TES-Kalorimetern, die einzigen energiedispersiven Detektoren, mit denen ein Auflösungsvermögen von über 2000 erreicht wurde. Die Linienform der K_β -Linie kann dazu benutzt werden, auf den chemischen Bindungszustand des Mangans zu schließen.

In einem kurzen Ausblick wurden Experimente mit einem Detektor mit einer mäanderförmigen Detektionsspule zum Nachweis von Röntgenquanten gezeigt. Ebenfalls wurden Experimente zur Messung von Röntgenfluoreszenzstrahlung mit einem metallischen magnetischen Kalorimeter in einem Pulsröhrenkühler dargestellt. Dazu wurde ein spezieller Detektoraufbau entwickelt, mit dessen Hilfe man am Ende des Kühlfingers des Pulsröhrenkühlers Röntgenquanten nachweisen konnte. In letzter Zeit wurden Fortschritte bei der Mikrostrukturierung von mäanderförmigen Detektoren erzielt. So konnte z.B. zum ersten Mal das Sensormaterial Au:Er direkt auf einen mäanderförmigen Detektor aufgesputtert werden. Dabei ergaben die Messungen der Eigenschaften des Materials unter anderem für den Verlauf der Magnetisierung eine gute Übereinstimmung mit den theoretischen Vorhersagen.

Für das Konzept eines metallischen magnetischen Kalorimeters gibt es ein breites Anwendungsspektrum. So besteht unter anderem eine Zusammenarbeit mit dem Max-Planck-Institut für Kernphysik in Heidelberg zur Entwicklung eines Detektors für den Nachweis und die Energiebestimmung von Atomen und Molekülen aus einem Ionen-Speicherring. Ein weiteres Projekt beschäftigt sich mit der präzisen Messung des Energiespektrums von Rhenium (^{187}Re) im Rahmen des MARE-Projekts (Microcalorimeter Arrays for a Rhenium Experiment). Aus der Form des Spektrums am Endpunkt kann zumindest eine obere Abschätzung für die Neutrinomasse gewonnen werden. Auch ist die Entwicklung einer hochauflösenden 'Röntgen-Kamera', bestehend aus tausenden von einzelnen Röntgendetektoren, als hochauflösendes Instrument für die Röntgenastronomie von immensm Nutzen. Für den Betrieb und die Auslesung einer großen Zahl an Detektoren sind jedoch noch nicht alle technischen Probleme gelöst.

Trotz aller noch zu bewältigenden Problemen ist ein magnetisches Kalorimeter auf Grund des hier gezeigten hohen Auflösungsvermögens und der hier aufgezählten unterschiedlichen Anwendungen ein geeignetes und unverzichtbares Nachweisinstrument für die hochauflösende Röntgenspektroskopie, welches in naher Zukunft in vielfältiger Weise zum Verständnis der Natur beitragen wird.

Literaturverzeichnis

- [Abr70] A. Abragam und B. Bleaney *Electron Paramagnetic Resonance or Transition Metals*, Clarendon Press, Oxford, 1970
- [Act92] L. Acton et al., *The Yohkoh Mission for High-Energy Solar Physics*, Science Vol. 258 , 23. Oktober, 618-625, 1992
- [Ara66] S. Arajcs und G.R. Dunmyre, *J. Less Com. Met.*, **10**, 220, 1966
- [Ban93] S.R. Bandler et al., *Metallic Magnetic Bolometers for Particle Detection*, J. Low Temp. Phys., **93**(3/4), 709-714, 1993
- [Bra1913] W.H. Bragg, deutsche Übersetzung von Max Iklé, *Durchgang der α , β , γ und Röntgenstrahlung durch Materie*, Leipzig, 1913
- [Büh88] M. Bühler und E. Umlauf, *A Magnetic Bolometer for Single-Particle Detection*, Europhys. Lett., **5**(4), 297-301, 1988
- [Büh93] M. Bühler et al., *Measurements of Spin-Lattice Relaxation Times at Millikelvin Temperatures*, Europhys. Lett., **23**(7), 529-534, 1993
- [Bur04] A. Burck, *Entwicklung großflächiger magnetischer Kalorimeter zur energieaufgelösten Detektion von Röntgenquanten und hochenergetischen Teilchen*, Diplomarbeit, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2004
- [Chandra] Chandra X-Ray Observatory, <http://chandra.harvard.edu>
- [Cla04] J. Clarke, A.I. Braginski, *The SQUID Handbook 1. Fundamentals and Technologies*, Wiley-VCH, Berlin, ISBN: 3-527-40229-2, 2004
- [Cur03] P. Curie und A. Laborde, Séance, Acad. Sci. Paris, **136**, 673, 1903
- [Dan01] T. Daniyarov, *Diskussion der Energieauflösung von Magnetischen Kalorimetern zur Detektion von einzelnen Röntgenquanten*, Masterarbeit, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2001
- [Dan05] T. Daniyarov, *Metallische magnetische Kalorimeter zum hochauflösenden Nachweis von Röntgenquanten und hochenergetischen Molekülen*, Dissertation, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2005
- [Ens00a] C. Enss et al., *Metallic Magnetic Calorimeters for Particle Detection*, Journal of Low Temperature Physics, **121** 3/4, 137, 2000

- [Ens00b] C. Enss und S. Hunklinger, *Tieftemperaturphysik*, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, New York, 2000
- [Ens05] C. Enss und S. Hunklinger, *Low-Temperature Physics*, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, New York, S.345 , 2005
- [Fle01] A. Fleischmann, *High Resolution X-Ray Detection Using Metallic Magnetic Calorimeters*, Advances in Solid State Physics, vol 41, p. 577, 2001
- [Fle03] A. Fleischmann, *Magnetische Mikrokalorimeter: Hochauflösende Röntgenspektroskopie mit energiedispersiven Detektoren*, Dissertation, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2003
- [Fle05] A. Fleischmann, C. Enss and G.M. Seidel *Metallic Magnetic Calorimeters*, in Cryogenic Particle Detection, C. Enss (Ed.), Topics Appl. Phys., **99**, 151-216, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, 2005
- [Fra76] S. Fraga, *Handbook of Atomic Data*, Elsevier Scientific Publishing Company, Amsterdam, 1976, ISBN: 0-444-41461-4
- [Gen64] P.G. de Gennes, *Boundary Effects in Superconductors* , Rev. Mod. Phys., **36**, 225, 1964
- [Hah92] W. Hahn, M. Loewenhaupt, B. Frick, *Crystal field excitations in dilute rare earth noble metal alloys* , Physica B, **180 & 181**, 176, 1992
- [Hau06] D. Haug, *Entwicklung eines magnetischen Kalorimeters zur Neutrinomassenbestimmung aus dem Endpunkt des β -Spektrums von ^{187}Re* , Diplomarbeit, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2006
- [Hes02] J. Hester et al., *Hubble Space Telescope and Chandra Monitoring of the Crab Synchrotron Nebula*, Astrophysical Journal Letters, 577, L49, 2002
- [Hes05] J. Hester and A. Loll, Arizona State University, zusammengesetzte Aufnahme aus 24 Bildern der *Wide Field and Planetary Camera 2* des *Hubble Space Telescope*, Releasenummer: STScI-2005-37, 2005
- [Her00] T. Herrmannsdörfer, R. König und C. Enss, *Properties of Er-doped Au at ultralow temperatures*, Physica B, **180 & 181**, 176-178, 2000
- [Hol03] W. Holland et al., *SCUBA-2: A large-format submillimeter camera on the James Clerk Maxwell Telescope*, Proc. SPIE, **4855**, 1, 2003
- [Höl97] G. Hölzer et al., *$K_{\alpha 1,2}$ and $K_{\beta 1,3}$ x-ray emission lines of the 3d transition metals*, Phys. Rev. A, **56**(6), 4554-4568, 1997
- [Irw95] K. Irwin, *An application of electrothermal feedback for high resolution cryogenic particle detection*, Appl. Phys. Lett., **66**, page 1998, 1995

-
- [Irw05] K.D. Irwin and G.C. Hilton, *Transition-Edge Sensors*, in Cryogenic Particle Detection, C. Enss (Ed.), Topics Appl. Phys., **99**, 63-149, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, 2005
- [Irw05a] K.D. Irwin et al., *Microwave SQUID multiplexers for low-temperature detectors*, preprint submitted to Elsevier Science, 29. July 2005
- [Jos62a] B.D. Josephson, Phys. Lett., **1**, 251, 1962
- [Jos62b] B.D. Josephson, Phys. Lett., **14**, 419, 1962
- [Kit93] C. Kittel, *Einführung in die Festkörperphysik*, R. Oldenburg Verlag, München, 1993
- [Kuu06] J. van der Kuur, P.A.J. de Korte et al., *Frequency-domain multiplexing development for high-count-rate microcalorimeters*, Nucl. Inst. and Meth. in Phys. Res. A, **559**, 820-822, 2006
- [Lie99] D.A. Liedahl, *Spectral Properties of PIE and NIE Plasma*, *X-Ray Spectroscopy in Astrophysics*, J. van Paradijs, J.A.M. Bleeker (Eds.), Springer, Berlin, S. 109, 1999
- [Lin03] M. Linck, *Entwicklung eines magnetischen Kalorimeters zum hochauflösenden Nachweis von einzelnen Röntgenquanten*, Diplomarbeit, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2003
- [Lon50] F. London, *Superfluids*, Wiley, New York, 1950
- [McC05] D. McCammon *Semiconductor Thermistors*, in Cryogenic Particle Detection, C. Enss (Ed.), Topics Appl. Phys., **99**, 35-61, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, 2005
- [Mew99] R. Mewe, *Atomic Physics of Hot Plasma*, *X-Ray Spectroscopy in Astrophysics*, J. van Paradijs, J.A.M. Bleeker (Eds.), Springer, Berlin, S. 189, 1999
- [MPE] Max-Planck-Institut für extraterrestrische Physik (MPE), Garching, <http://www.mpe.mpg.de>
- [NASA] NASA, <http://www.nasa.gov>
- [Ouk02] N. Oukhanski, R. Stolz, V. Zakosarenko und H.-G. Meyer, *Low-drift broadband directly coupled dc SQUID read-out electronics*, Physica C, **368**, 166-170, 2002
- [Pob96] F. Pobell, *Matter and Methods at Low Temperatures*, Springer-Verlag, Heidelberg, 1996

- [Por05] F.S. Porter, G.V. Brown and J. Cottam, *X-Ray Astronomy and Astrophysics*, in Cryogenic Particle Detection, C. Enss (Ed.), Topics Appl. Phys., **99**, 359-415, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, 2005
- [Rön96] W.C. Röntgen, *Science*, **3**, 227 und 726, 1896
- [Rot06] H. Rotzinger, *Entwicklung magnetischer Mikrokalorimeter für die hochauflösende Spektroskopie des β -Emitters ^{36}Cl* , Dissertation, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2006
- [Sak03] K. Sakurai und H. Eba, *Chemical characterization using relative intensity of manganese $K_{\beta'}$ and $K_{\beta 5}$ x-ray fluorescence*, Nucl. Instrum. Meth. B, **199**, 391-395, 2003
- [Sch00] J. Schönfeld, Doktorarbeit KIP 2000, *Entwicklung eines mikrostrukturierten magnetischen Tieftemperatur-Kalorimeters zum hochauflösenden Nachweis von einzelnen Röntgenquanten*
- [Shl84] B.I. Shklovskii, A.L. Efros *Electronic Properties of Doped Semiconductors*, Springer, Berlin, Heidelberg, 1984
- [Sim35] F. Simon, *Nature*, **135**, 763, 1935
- [Sjö75] M.E. Sjöstrand and G. Seidel, *Hyperfine resonance properties of Er^{3+} in Au*, Phys. Rev., B11(9). 3292-3297, 1975
- [SRON] Space Research Organization Netherlands, Utrecht, <http://www.sron.nl>
- [VDI96] VDI Publikationen, *Pulsröhrenkühler: Neue Kältemaschinen für die Supraleitertechnik und Kryoelektronik*, INFO PHYS TECH, Nr. 6, 1996, <http://www.vdi.de>
- [WISP] X-Ray Astrophysics, <http://wisp.physics.wisc.edu/xray>
- [Wol52] H. Wolter, *Spiegelsysteme streifenden Einfalls als abbildende Optiken für Röntgenstrahlen*, *Annalen der Physik*, **445**, 1-2, 94-114, 1952

Danksagung

Ich möchte an dieser Stelle allen danken, die zum Gelingen meiner Dissertation beigetragen haben und die mich während der letzten Jahre bei meiner Arbeit am Kirchhoff-Institut unterstützt haben. Mein besonderer Dank gilt

- Herrn Prof. Dr. Christian Enss für die Betreuung während meiner Miniforschung, meiner Diplomarbeit, meiner Doktorarbeit und während meines Aufenthaltes an der Brown University in Providence. Auch dafür, dass er mir den Aufenthalt dort ermöglicht hat, mir bei der Wohnungssuche geholfen und mich zu meinem ersten American Football Spiel der Brown Bears mitgenommen hat. Ich möchte Ihm auch für die vielen Anregungen, die Diskussionen und die hilfreichen Vorschläge danken, die dazu geführt haben, das mein Verständnis über die Physik und die experimentellen Methoden stetig gewachsen ist.
- Herrn Prof. Dr. Siegfried Hunklinger für die freundliche Aufnahme in die Arbeitsgruppe zu Beginn meiner Diplomarbeit. Auch möchte ich Ihm für die vielen interessanten Vorträge danken, die er im Laufe der letzten Jahre gehalten hat und die immer wieder einen neuen Blick auf das Leben und Wirken eines Physikers geworfen haben.
- Herrn Prof. George M. Seidel für die Aufnahme in seine Arbeitsgruppe während meines Aufenthaltes an der Brown University in Providence, Rhode Island.
- Herrn Prof. Heinz Horner dafür, dass er sich bereit erklärt hat, das Zweitgutachten dieser Arbeit zu verfassen.
- Andreas Fleischmann für die unzähligen Experimente, die wir im Laufe der letzten Jahre zusammen durchgeführt haben. Ich danke Ihm für den ADR, den erschütterungsfreien Raum im Keller und den Faraday-Käfig, in dem ich so viel Zeit mit Experimentieren verbracht habe. Für den Pulsröhrenkühler, der mir manchmal den letzten Nerv geraubt hat. Besonders möchte ich Ihm für seine Betreuung während meiner Promotion danken und Ihm ebenfalls für die Vermittlung eines Teils seines umfassenden Wissens über magnetische Kalorimeter und die nötigen experimentellen Methoden danken. Nicht zu vergessen sind die unzähligen Stunden, die er für das Lesen und die Korrektur dieser Arbeit aufgewendet hat. Für all das meinen tiefsten Dank!
- den alten 'Bolos' Talgat Daniyarov, Hannes Rotzinger und Andreas Burck für die schöne Zeit im Labor und den vielen Spass, den wir zusammen hatten.

Ohne Euch wäre der 'triste' Laboralltag im fensterlosen Keller wohl nicht halb so schön gewesen. Auch möchte ich Loredana Gastaldo und Daniel Haug für die zusammen durchgeführten Experimente, die vielen netten Stunden im Labor und die schöne Zeit auf der letzten Frühjahrstagungen in Dresden danken. Nicht zu vergessen Tim Scarbrough, den englischen Erasmus-Studenten, der seine Zeit während seines Auslandsaufenthaltes in der Detektorgruppe verbrachte.

- den jungen 'Bolos' Jan-Patrick Porst, Sönke Schäfer, Sebastian Kempf und Lena Maerten, die eine neue Generation von begeisterungsfähigen Diplomanden in der Gruppe darstellen und in Zukunft viele Anwendungen für magnetische Kalorimeter umsetzen werden.
- Astrid Netsch für die schöne Zeit während des gemeinsamen Studiums hier in Heidelberg. Besonders möchte ich Ihr für Ihre Besuche bei mir im Keller und die vielen Gespräche über Physikalisches und Nicht-Physikalisches danken. Danken möchte ich auch Sabine Wolf für ihre sympathische und direkte Art, die es auch des öfteren mal in den Keller zu dem armen 'Kellerkind' verschlagen hat, und Stefanie Riegel für die netten Gespräche in der Kaffee-Ecke.
- Masoomeh Bazrafshan, Gudrun Fickenscher und Florian Klotz von den 'Echos', die die Gruppenbesprechungen immer mit einer großen Anzahl von Messergebnissen überschwemmt haben, was einen echten 'Bolo' natürlich immer etwas neidisch macht, da sich unsere Spektren in der Regel nur auf sehr großen Zeitskalen verändert haben. Auch sei an dieser Stelle Mihai Petrovici genannt.
- Andreas Reiser für die nette Tour mit Andreas Fleischmann nach Bayreuth, Gernot Kasper und Manfred von Schickfus für die Gespräche in der Kaffee-Ecke.
- der ganzen Familie Bartkowiak, bestehend aus Marek, Annett, Ala und Nele für die schöne Zeit mit Euch in Heidelberg.
- den Ehemaligen Markus Heitz, Marc Layer, Xuewei Cao, Hsin-Yi Hao, Peter Nagel, Michael Neumann, Maximilian Brandt, Andreas Rost, Cathrine Fischer, Georgi Pachov, Kathrin Reinhold für die Zeit mit Ihnen im Labor und auf den Frühjahrstagungen in Dresden, Regensburg und Berlin.
- unseren 'französischen' Partnern Elvire Leblanc und Martin Loidl für die gemeinsam durchgeführten Experimente.
- Robert Weis für die vielen Hilfestellungen im Bereich Computeranwendungen und die interessanten Gespräche in der Kaffee-Ecke.
- Thomas Wolf für seine kompetente Hilfe und Anleitungen im Reinraum. Siegfried Spiegel möchte ich für seine Unterstützung bei technischen Fragen in der

Diplomandenwerkstatt danken. Der Elektronik- und der Feinmechanikwerkstatt, im Besonderen Volker Hampel für die präzise Fertigung des experimentellen Aufbaus am Ende des Kühlfingers, gilt ebenfalls mein Dank. Auch sei allen Mitarbeitern im Bereich Helium- und Stickstoffverflüssigung gedankt.

- Thorsten Straßel für unsere gemeinsame Zeit während des Studiums hier in Heidelberg und für die vielen Gespräche im Extrablatt mit einer guten *Latte Macchiato*.
- Dieter Lescanne für seine unermüdliche, unbeschreiblich präzise Fehlersuche in dieser Arbeit.
- allen, die ich mal wieder vergessen habe (Es ist ja schließlich schon spät).

Und nun möchte ich im Besonderen meiner Freundin Dominique danken, die trotz der vielen Zeit, die ich ja des öfteren in den letzten Jahren im Labor und mit meinen Experimenten verbracht habe, immer sehr viel Verständnis für mich und für meine Arbeit hatte. Auch für die letzten Monate, in denen ich oft mit meinen Gedanken beim Schreiben war und auch leider oft nicht so viel Zeit für sie hatte.

Vor allem möchte ich meinen Eltern, Klaus und Elisabeth, danken, die schon immer für mich dagewesen sind und die mich während meines Studiums immer unterstützt haben. Dank Eurer Unterstützung habe ich meinen Weg oft unbeschwerter gehen können.