



Christian Pies

Entwicklung eines Detektor-Arrays
basierend auf magnetischen Kalorimetern
für die hochaufgelöste Röntgenspektroskopie
an hochgeladenen Ionen

Diplomarbeit

HD-KIP 08-24

Fakultät für Physik und Astronomie
Ruprecht-Karls-Universität Heidelberg

DIPLOMARBEIT
im Studiengang Physik

vorgelegt von
Christian Pies
aus Worms / Rhein

2008

Entwicklung eines Detektor-Arrays
basierend auf magnetischen Kalorimetern
für die hochaufgelöste Röntgenspektroskopie
an hochgeladenen Ionen

Die Diplomarbeit wurde ausgeführt von Christian Pies am
Kirchhoff-Institut für Physik
unter der Betreuung von
Herrn Prof. Dr. C. Enss

Die hier vorliegende Diplomarbeit behandelt die Entwicklung und Charakterisierung des Prototyps eines Arrays metallischer magnetischer Kalorimeter für die hochauflösende Röntgenfluoreszenz-Spektroskopie an schweren hochgeladenen Ionen. Ein metallisches magnetisches Kalorimeter verwendet als Temperatursensor eine paramagnetische Legierung, die sich in einem schwachen Magnetfeld befindet. Ein Energieeintrag durch Absorption eines Photons führt zu einer Temperaturerhöhung im Sensor. Als Folge dessen nimmt die Magnetisierung des Sensors ab. Diese Magnetisierungsänderung wird mit rauscharmen dc-SQUID-Magnetometern ausgelesen und dient als Maß für die deponierte Energie.

Unter Berücksichtigung aller bisher bekannten Rauschbeiträge und der erwarteten Signalform wurde über eine numerische Optimierungsrechnung der Detektor auf die hier genannte Anwendung optimiert. Die Detektor-Arrays wurden über einen Sechslagen-Prozess mit Methoden der Mikrostrukturierung und Galvanik auf Silizium-Substraten hergestellt. Zur Charakterisierung des Detektors wurde die Temperaturabhängigkeit der Magnetisierung der paramagnetischen Sensoren bestimmt und Röntgenquanten einer ^{55}Fe -Quelle nachgewiesen. Die beobachteten Signalformen, das Rauschen des Detektorsignals und die resultierende Energieauflösung des Detektors werden präsentiert und diskutiert.

Development of a Detector Array Based on Magnetic Calorimeters for High-Resolution X-Ray Spectroscopy of Highly-Charged Ions

This diploma thesis describes the development and characterization of a prototype array of metallic magnetic calorimeters for the high-resolution x-ray spectroscopy of heavy, highly-charged ions. A metallic magnetic calorimeter uses a paramagnetic material positioned in a weak magnetic field as a temperature sensor. The deposition of energy in the detector caused by the absorption of a photon results in an increase of the temperature of the sensor. As a consequence, the magnetization of the sensor decreases. This change of magnetization is read out using low-noise dc-SQUID magnetometers and is used as a precise measure of the deposited energy.

Accounting for all presently known contributions to the detector noise and for the expected signal shape, the detector was numerically optimized for the application mentioned above. The detector arrays were produced on silicon substrates in a six-layer process by means of microfabrication and electro-deposition. In order to characterize the detector, the temperature dependence of the sensor magnetization was measured and x-rays of a ^{55}Fe source were detected. The observed signal shapes, the noise of the detector signal and the resulting energy resolution of the detector will be presented and discussed.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Physikalische Grundlagen	5
2.1	Detektionsprinzip magnetischer Kalorimeter	5
2.2	Das Sensormaterial <u>Au:Er</u>	6
2.2.1	Eigenschaften von Erbium in Gold	6
2.2.2	Thermodynamische Beschreibung von <u>Au:Er</u> im Modell wechselwirkungs- freier magnetischer Momente	7
2.2.3	Detektorsignal im Falle wechselwirkungsfreier magnetischer Momente	10
2.2.4	Thermodynamische Beschreibung von <u>Au:Er</u> im Modell wechselwirkender magnetischer Momente	11
2.2.5	Einfluss des Isotops ^{167}Er	13
2.2.6	Einfluss der Kernquadrupolmomente in Gold	14
2.3	Magnetische Kalorimeter mit mäanderförmiger Detektionsspule	15
2.3.1	Magnetfeldverteilung im Sensor	16
2.3.2	Detektorsignal im Mäander	17
2.3.3	Detektorsignal im SQUID	18
3	Optimierung des Detektordesigns	21
3.1	Der Detektor als kanonisches Ensemble mit zwei diskreten Subsystemen	21
3.1.1	Punktantwort des Detektors	22
3.1.2	Thermodynamische Fluktuationen	23

3.2	Weitere Rauschbeiträge	24
3.2.1	Magnetisches Johnson-Rauschen	24
3.2.2	1/ f -Rauschen der Erbium-Ionen	26
3.2.3	Rauschen des SQUIDs	27
3.3	Energieauflösung eines magnetischen Kalorimeters	28
3.4	Optimierung der Energieauflösung	29
3.5	Entwicklung eines neuen Chipdesigns	32
4	Herstellung der Detektoren	35
4.1	Mikrostrukturierung	35
4.1.1	Photolacke	35
4.1.2	Beschichtungsverfahren	37
4.1.3	Ätz- und Liftoff-Prozess	38
4.2	Herstellung der Detektoren	39
4.3	Herstellung der Goldabsorber	41
4.3.1	Galvanische Abscheidung	42
4.3.2	Goldelektrolyte	43
4.3.3	Galvanische Herstellung der Goldabsorber	43
4.3.4	Der Negativlack NANO TM SU-8 100	44
4.3.5	Probleme bei der Herstellung der Goldabsorber	45
5	Experimentelle Methoden	47
5.1	Erzeugung tiefer Temperaturen	47
5.2	dc-SQUID-Magnetometer	48
5.2.1	Eigenschaften eines dc-SQUIDs	48

5.2.2	Linearisierung des SQUID-Signals	49
5.2.3	Zweistufiger SQUID-Aufbau	50
5.2.4	Eigenschaften der verwendeten SQUIDs	51
5.3	Experimenteller Aufbau	53
5.3.1	Detektoraufbau	53
5.3.2	Leitungsführung im Kryostaten	55
5.4	Präparation des Dauerstroms im Mäander	56
5.5	Aufnahme der Daten und Analyse der Signale	58
5.6	^{55}Fe -Röntgenquelle	59
6	Experimentelle Ergebnisse	61
6.1	Magnetisierung des Sensors	61
6.2	Analyse der Rauschbeiträge	62
6.3	Röntgenspektroskopie	65
6.4	Analyse der Signalform und -größe	70
6.4.1	Signalform	70
6.4.2	Signalgröße	73
7	Zusammenfassung und Ausblick	75
	Literaturverzeichnis	77
	Danksagung	81

1. Einleitung

Viele Tieftemperatur-Teilchendetektoren basieren auf einem kalorimetrischen Messprinzip und erlauben die Bestimmung der Energie von Photonen oder massiven Teilchen mit hoher Präzision. Sie bestehen im Wesentlichen aus einem Absorber, in dem die Energie des detektierten Teilchens eine Temperaturerhöhung verursacht, und aus einem empfindlichen Temperatursensor, der diese Erhöhung nachweist. In den letzten Jahren finden solche Detektoren mehr und mehr Anwendung in den verschiedensten Bereichen, wie zum Beispiel in der Astronomie und Astrophysik, in der Elementarteilchenphysik zur Bestimmung der Neutrinomasse oder in der Biophysik bei der Massenbestimmung von Biomolekülen.

Ein weiteres Gebiet, für das Tieftemperatur-Kalorimeter besonders interessant sind, sind Experimente zur Überprüfung der Quantenelektrodynamik (QED) in starken elektrischen Feldern. Die Theorie der QED wurde entwickelt, um die von Lamb und Retherford entdeckte Verschiebung der Energieniveaus des Wasserstoff-Atoms [Lam47] im Vergleich zur Dirac-Theorie zu erklären. Laut QED liegt die Ursache dieser sogenannten Lamb-Verschiebung in der Wechselwirkung des Elektrons mit seinem eigenen Strahlungsfeld. Für das Wasserstoff-Atom wurde bereits eine außerordentlich präzise Übereinstimmung zwischen Theorie und Experiment gefunden [Ude97]. Für schwere wasserstoffähnliche Ionen ist die Korrektheit der mit Hilfe der QED berechneten Korrekturen jedoch noch nicht vollständig geklärt, da hier die Terme höherer Ordnung nicht mehr vernachlässigt werden können. Außerdem kommen in solch hochgeladenen Systemen mit Feldstärken von etwa 10^{16} V/cm wesentlich stärkere elektrische Felder als im Wasserstoff-Atom vor, wodurch das Auftreten neuer Effekte nicht ausgeschlossen werden kann.

Am Experimentierspeicherring (ESR) der Gesellschaft für Schwerionenforschung (GSI) in Darmstadt ist es möglich, schwere, hochgeladene Ionen zu erzeugen und spektroskopische Messungen an diesen Systemen durchzuführen [Ege05]. Zur Messung der Lamb-Verschiebung in wasserstoffähnlichem Uran werden Urankerne mit Geschwindigkeiten von etwa $0,3c$ im Ring gespeichert. Durch Kollision mit einem Elektronenstrahl findet die Rekombination zu U^{91+} statt. Das eingefangene Elektron geht dabei von Niveaus höherer Energie in niedrigere Zustände unter Aussendung von Röntgenfluoreszenz-Photonen über, bis es schließlich den Grundzustand besetzt. Die dominantesten Übergänge stellen dabei die zur Lyman-Serie gehörigen Übergänge vom Niveau $2p_{3/2}$ in den Grundzustand $1s_{1/2}$ ($Ly\alpha_1$) und von $2p_{1/2}$ in den Grundzustand ($Ly\alpha_2$) mit Energien von etwa 100 keV dar. Die Stärke der Lamb-Verschiebung ist proportional zu n^{-3} und besitzt bei Niveaus mit gleicher Hauptquantenzahl n

für s -Elektronen aufgrund deren geringen mittleren Abstands zum Kern den größten Wert. Daher bieten sich für die Bestimmung der Lamb-Verschiebung insbesondere die oben beschriebenen $\text{Ly}\alpha_1$ - und $\text{Ly}\alpha_2$ -Übergänge von den kaum verschobenen $2p$ -Zuständen in den stark verschobenen Grundzustand an. Unter der Annahme, dass die Energie der $2p$ -Zustände exakt berechenbar ist, ergibt die genaueste Messung der Energie der $\text{Ly}\alpha_1$ -Photonen eine Lamb-Verschiebung des Grundzustands von $(460,2 \pm 4,6)$ eV [Gum05], wobei hier Germanium-Halbleiterdetektoren zum Nachweis der Röntgenphotonen verwendet wurden.

Um die Genauigkeit der Messung weiter zu steigern, bietet sich der Einsatz metallischer magnetischer Kalorimeter an, da diese eine bessere intrinsische Energieauflösung als Halbleiterdetektoren besitzen. Bei metallischen magnetischen Kalorimetern handelt es sich um eine Variante von Tieftemperatur-Teilchendetektoren, die als Temperatursensor eine paramagnetische Legierung verwenden. Da bei der oben beschriebenen Spektroskopie an U^{91+} eine geringe Photonenrate auftritt und da die Emission der Photonen isotrop in alle Raumrichtungen stattfindet, benötigt der Detektor in diesem Experiment große Detektionsflächen.

Im Rahmen dieser Arbeit wurde ein Prototyp eines linearen Arrays aus vier mikrostrukturierten metallischen magnetischen Kalorimetern mit einer Gesamtdetektionsfläche von 8 mm^2 entwickelt. Da jedes Kalorimeter gradiometrisch aufgebaut ist und zwei Röntgenabsorber besitzt, erhält man dadurch einen Detektor mit acht unabhängigen sensitiven Flächen. Der Detektor ist ausgelegt für galvanisierte Goldabsorber mit einer Grundfläche von jeweils $2 \text{ mm} \times 0,5 \text{ mm}$ und einer Höhe von $200 \mu\text{m}$, durch die eine Detektionswahrscheinlichkeit von etwa 85 % für 100 keV-Röntgenphotonen bei einer Energieauflösung von 50 eV erreicht werden kann. Die Absorber jedes Pixels sind in Richtung parallel zur Arrayzeile nur 0,5 mm breit, um die durch die relativistische Bewegung der Ionen verursachte Dopplerverbreiterung der Spektrallinien zu reduzieren.

In Kapitel 2 dieser Arbeit wird das Funktionsprinzip metallischer magnetischer Kalorimeter mit mäanderförmiger Detektionsspule vorgestellt. Außerdem findet eine ausführliche Diskussion der Eigenschaften des verwendeten Sensormaterials, einer Legierung aus Gold und Erbium, statt. Dies beinhaltet die Betrachtung von Au:Er sowohl im Modell wechselwirkungsfreier magnetischer Momente als auch unter Berücksichtigung der Wechselwirkungen. Des Weiteren wird sowohl der Einfluss der Kernspins des Erbium-Isotops ^{167}Er als auch der der Quadrupolmomente der Gold-Atomkerne auf die Eigenschaften des Sensormaterials diskutiert.

Kapitel 3 beschäftigt sich mit den Rauschbeiträgen, die die Energieauflösung des Detektors begrenzen. Hierbei wird der Einfluss thermodynamischer Energiefluktuationen im Sensor, des magnetischen Johnson-Rauschens in den normalleitenden Komponenten des Detektors, des SQUID-Rauschens sowie der Einfluss eines frequenz-

abhängigen $1/f$ -Rauschens, das durch die magnetischen Momente im Sensor verursacht wird, berücksichtigt. Darauf basierend findet eine Optimierung des Detektors für den hochauflösenden Nachweis von 100 keV-Photonen statt. Das dabei gefundene optimierte Detektordesign wird am Ende des Kapitels vorgestellt.

In Kapitel 4 werden die Prozesse erläutert, die bei der Herstellung des hier diskutierten magnetischen Kalorimeters eingesetzt wurden. Dies beinhaltet die Prozessierung von Photolacken und die verwendeten Beschichtungsverfahren. Besonderes Augenmerk liegt hierbei auf der Herstellung der Goldabsorber, die galvanisch auf den Au:Er-Sensoren abgeschieden wurden.

In Kapitel 5 wird die Kühltechnik und der verwendete Kryostat vorgestellt. Es folgt eine Beschreibung des zweistufigen dc-SQUID-Aufbaus, der zum Auslesen der Detektorsignale verwendet wurde, sowie eine Darstellung des zur Charakterisierung des Detektor-Prototyps verwendeten experimentellen Aufbaus. Des Weiteren wird die Vorgehensweise zur Präparation eines magnetfelderzeugenden Dauerstroms in der mäanderförmigen Detektionsspule des Detektors beschrieben.

In Kapitel 6 werden die experimentellen Ergebnisse präsentiert. Hierbei wurde zum einen die Temperaturabhängigkeit der Magnetisierung des paramagnetischen Sensors bestimmt, wodurch man Informationen über die Eigenschaften des Sensors sowie über die Stärke des magnetischen Feldes erhält. Zum anderen werden die durch Absorption von Röntgenquanten einer ^{55}Fe -Quelle erzeugten Signalformen diskutiert, das aufgenommene Energiespektrum der Röntgenquelle vorgestellt und aus dessen charakteristischen Linien die Energieauflösung des Detektors bestimmt.

2. Physikalische Grundlagen

2.1 Detektionsprinzip magnetischer Kalorimeter

Bei einem metallisch magnetischen Kalorimeter handelt es sich um einen Detektor für massive Teilchen oder für Photonen, der auf der Ausnutzung des ersten Hauptsatzes der Thermodynamik basiert. Die wesentlichen Bestandteile eines magnetischen Kalorimeters sind in Abbildung 2.1 dargestellt.

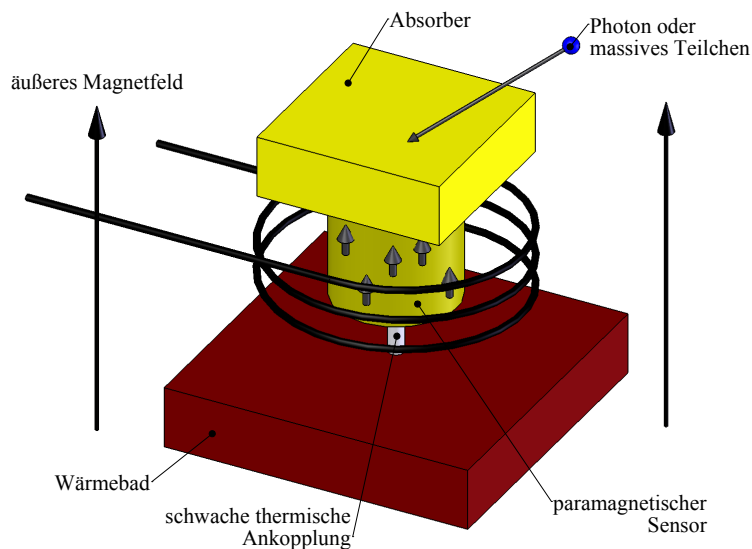


Abb. 2.1: Schematische Darstellung eines magnetischen Kalorimeters.

Im Zentrum des gesamten Detektors steht ein paramagnetischer Sensor, der thermisch schwach mit einem Wärmebad der Temperatur T und möglichst stark mit einem Absorber für die zu detektierenden Teilchen verbunden ist. In einem äußeren Magnetfeld H richten sich die magnetischen Momente im Sensor teilweise aus. Der Sensor ist des weiteren von einer Spule umgeben, mit der die Magnetisierung des Sensors ausgelesen wird. Schlägt ein Photon oder ein massives Teilchen in den Absorber ein, so deponiert es dabei die Energie δE im Detektor. Dieser erwärmt sich folglich um

$$\delta T = \frac{\delta E}{C_{\text{tot}}}, \quad (2.1)$$

wobei C_{tot} die Wärmekapazität des gesamten Detektors bezeichnet. Diese Temperaturerhöhung verursacht im Sensor aufgrund seines paramagnetischen Verhaltens eine

Magnetisierungsänderung

$$\delta M = \frac{\partial M}{\partial T} \delta T. \quad (2.2)$$

In der Spule, die den Sensor umgibt, wird nun durch diese Magnetisierungsänderung eine Änderung des magnetischen Flusses um

$$\delta \Phi \propto \frac{\partial M}{\partial T} \frac{1}{C_{\text{tot}}} \delta E \quad (2.3)$$

induziert. Somit wird die Bestimmung der deponierten Energie δE auf eine Messung des magnetischen Flusses zurückgeführt. Zum Nachweis der dabei auftretenden kleinen Flussänderung werden rauscharme dc-SQUID¹-Magnetometer eingesetzt, die darüber hinaus über eine große Bandbreite verfügen.

Anhand Gleichung 2.3 lassen sich zwei Voraussetzungen an den Detektor erkennen, um eine möglichst große Flussänderung hervorzurufen. Zum einen sollte die Gesamtwärmekapazität möglichst klein sein. Dies lässt sich durch möglichst kleine Sensor- und Absorbervolumina realisieren. Außerdem kann man ausnutzen, dass die Wärmekapazität der meisten Festkörper zu tiefen Temperaturen hin abnimmt. Daher werden magnetische Kalorimeter üblicherweise im Temperaturbereich von 10 mK bis 150 mK betrieben. Zum anderen sollte die Magnetisierung des Sensors eine starke Temperaturabhängigkeit vorweisen.

Darüber hinaus sollten alle in der Signalkette auftretenden Relaxationszeiten so kurz wie möglich sein, um hohe Zählraten zu erlauben. In früheren Arbeiten wurde gezeigt, dass Legierungen aus Gold und Erbium einen ausgewogenen Kompromiss aus geringer Wärmekapazität, starker Temperaturabhängigkeit der Magnetisierung und kurzer Signalanstiegszeit bilden [Fle98] [Ens00a]. Die Anstiegszeit ist hierbei durch die Elektron-Spin-Relaxationszeit gegeben und liegt selbst bei Temperaturen von 50 mK bei unter $1 \mu\text{s}$. Eine genaue Beschreibung des Sensormaterials Au:Er findet im folgenden Abschnitt statt.

2.2 Das Sensormaterial Au:Er

2.2.1 Eigenschaften von Erbium in Gold

Als paramagnetisches Sensormaterial wurde in der vorliegenden Arbeit mit Erbium dotiertes Gold verwendet. Die Erbium-Konzentration beträgt hierbei 750 ppm.

Werden einzelne Erbium-Atome in das fcc-Gitter eines Goldkristalls eingebaut, so besetzen diese reguläre Gitterplätze und geben drei Elektronen an das Leitungsband

¹Akronym für **S**uperconducting **Q**uantum **I**nterference **D**evice

ab. Erbium liegt somit als Er^{3+} mit der Elektronenkonfiguration $[\text{Kr}] 4d^{10}4f^{11}5s^25p^6$ vor. Die Ionen des Seltenerdmetalls Erbium besitzen aufgrund ihrer nicht vollständig gefüllten $4f$ -Schale ein permanentes magnetisches Moment. Bei Temperaturen unterhalb von etwa 50 K dominiert deren paramagnetisches Verhalten gegenüber dem diamagnetischen Anteil des Wirtsmaterials Gold. Die größte Aufenthaltswahrscheinlichkeit der $4f$ -Elektronen liegt bei einem Kernabstand von $0,4 \text{ \AA}$ und somit tief im Inneren des Erbium-Ions, das einen Radius von etwa 1 \AA besitzt. Dadurch wird das durch die Goldatome verursachte Kristallfeld von den weiter außen liegenden $5s$ - und $5p$ -Elektronen abgeschirmt und Gesamtspin \mathbf{S} , Gesamtbahndrehimpuls \mathbf{L} und Gesamtdrehimpuls \mathbf{J} des Grundzustands des Erbium-Ions lassen sich mit Hilfe der Hundschen Regeln bestimmen. Man erhält $S = 3/2$, $L = 6$ und $J = 15/2$. Außerdem lassen sich daraus der Landéfaktor

$$g_J = 1 + \frac{J(J+1) + S(S+1) - L(L+1)}{2J(J+1)} = \frac{6}{5} \quad (2.4)$$

und das magnetische Moment

$$\boldsymbol{\mu} = -g_J \mu_B \mathbf{J} \quad (2.5)$$

berechnen [Abr70].

Bei Temperaturen über 100 K findet man eine sehr gute Übereinstimmung der theoretisch vorhergesagten und der gemessenen Magnetisierung [Wil69]. Bei tieferen Temperaturen ist jedoch der Einfluss des Kristallfeldes nicht mehr vernachlässigbar. Dieses lässt sich in der Theorie durch Einführung eines Potentials, das die Symmetrie des Kristallgitters besitzt, berücksichtigen. Die Wechselwirkung mit dem Kristallfeld führt zu einer teilweisen Aufhebung der sechzehnfachen Entartung des Er^{3+} -Grundzustands. Es entsteht eine Gruppe von Multipletts (Γ_6^- , Γ_7 -Doublett, $3 \times \Gamma_8$ -Quartett), wobei es sich bei dem energetisch niedrigsten um ein Kramers- Γ_7 -Doublett handelt. Der Abstand zum nächsthöheren Multiplett wurde mehrfach mit verschiedenen Methoden gemessen ([Wil69], [Sjö75], [Dav73]), wobei die zur Zeit vermutlich genaueste Messung einen Wert von etwa 17 K im Nullfeld liefert [Hah92]. Da magnetische Kalorimeter bei Temperaturen unter 1 K und bei kleinen Magnetfeldern betrieben werden, ist eine Besetzung der höheren Multipletts so unwahrscheinlich, dass die Au:Er-Legierung als Zwei-Niveau-System mit effektivem Quasi-Spin von $\tilde{S} = 1/2$ und einem effektiven Landéfaktor von $\tilde{g} = 6,8$ behandelt werden kann [Abr70].

2.2.2 Thermodynamische Beschreibung von Au:Er im Modell wechselwirkungsfreier magnetischer Momente

Wie in Kapitel 2.1 erläutert wurde, wird der Energieeintrag eines Teilchens als Magnetisierungsänderung im Sensor nachgewiesen. Um aus einer gemessenen Magne-

tisierungsänderung auf die verursachende Temperaturänderung und damit auf die Energie des absorbierten Teilchens schließen zu können, ist eine genaue Kenntnis der Wärmekapazität des Sensors sowie der Temperaturabhängigkeit der Magnetisierung nötig.

Eine thermodynamische Beschreibung eines Ensembles wechselwirkungsfreier magnetischer Momente ist mit dem aus der statistischen Physik bekannten Ausdruck für die freie Energie möglich:

$$F = -Nk_{\text{B}}T \ln z . \quad (2.6)$$

Hierbei bezeichnet N die Anzahl der magnetischen Momente, $k_{\text{B}} = 1,38 \cdot 10^{-23}$ J/K die Boltzmann-Konstante und z die Ein-Teilchen-Zustandssumme

$$z = \sum_i e^{-E_i/k_{\text{B}}T} . \quad (2.7)$$

Die Werte E_i stellen die Energieeigenwerte dar, die *einem* magnetischen Moment zur Verfügung stehen.

Aus den Gleichungen 2.6 und 2.7 lassen sich die Wärmekapazität des Spinensembles C_Z , die Magnetisierung M und deren Ableitung nach der Temperatur $\partial M/\partial T$ berechnen:

$$C_Z = -T \frac{\partial^2 F}{\partial T^2} = \frac{N}{k_{\text{B}}T^2} (\langle E^2 \rangle - \langle E \rangle^2) , \quad (2.8)$$

$$M = -\frac{1}{V} \frac{\partial F}{\partial B} = -\frac{N}{V} \left\langle \frac{\partial E}{\partial B} \right\rangle , \quad (2.9)$$

$$\frac{\partial M}{\partial T} = \frac{N}{k_{\text{B}}T^2} \left(\left\langle E \frac{\partial E}{\partial B} \right\rangle - \langle E \rangle \left\langle \frac{\partial E}{\partial B} \right\rangle \right) . \quad (2.10)$$

Mit $\langle X \rangle$ ist hier der Mittelwert

$$\langle X \rangle = \frac{1}{z} \sum_i X_i e^{-E_i/k_{\text{B}}T} \quad (2.11)$$

der thermodynamischen Größe X bezeichnet.

Ein Spin-1/2-System, wie es im Falle von Au:Er bei tiefen Temperaturen vorliegt, besitzt in einem äußeren Magnetfeld B die Energieeigenwerte

$$E_{m_{\tilde{s}}} = m_{\tilde{s}} \tilde{g} \mu_{\text{B}} B \quad (2.12)$$

mit der Spinquantenzahl $m_{\tilde{s}} = \pm 1/2$. Man erhält somit für die in Gleichung 2.8 - 2.10 angegebenen Größen die Ausdrücke

$$C_Z = Nk_{\text{B}} \left(\frac{E}{k_{\text{B}}T} \right)^2 \frac{e^{E/k_{\text{B}}T}}{(e^{E/k_{\text{B}}T} + 1)^2} , \quad (2.13)$$

$$M = \frac{N}{V} \frac{\tilde{g} \mu_{\text{B}}}{2} \tanh \left(\frac{E}{2k_{\text{B}}T} \right) . \quad (2.14)$$

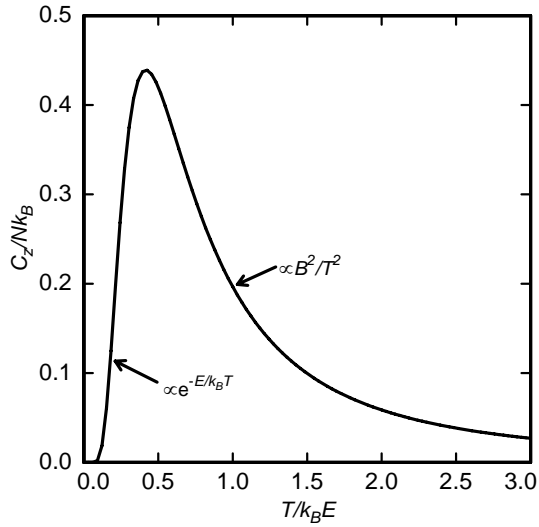


Abb. 2.2: Wärmekapazität eines Zwei-Niveau-Systems mit Energieaufspaltung $E = \tilde{g}\mu_B B$ als Funktion der reduzierten Temperatur $k_B T/E$.

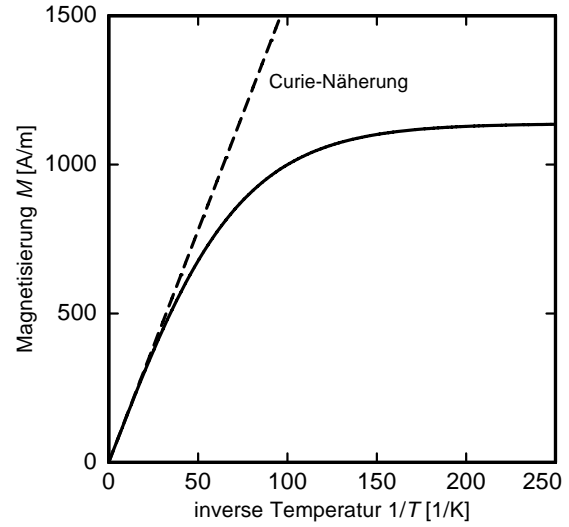


Abb. 2.3: Magnetisierung M als Funktion der inversen Temperatur $1/T$ für einen Sensor mit einer Erbium-Konzentration von 612 ppm.

Hierbei bezeichnet $E = \tilde{g}\mu_B B$ die Energieaufspaltung des Zwei-Niveau-Systems.

Der Verlauf der Wärmekapazität als Funktion der reduzierten Temperatur $k_B T/E$ ist in Abbildung 2.2 zu sehen. Das Maximum von C_Z wird als Schottky-Anomalie bezeichnet und befindet sich bei $k_B T/E \approx 0,42$ und beträgt etwa $C_{Z,\max} \approx 0,44 N k_B$.

In Abbildung 2.3 ist die Magnetisierung von Au:Er im Modell wechselwirkungsfreier magnetischer Momente als Funktion der inversen Temperatur $1/T$ dargestellt. Im Falle hoher Temperaturen ($T \gg E/k_B$) lässt sich der Ausdruck aus Gleichung 2.14 nach dem Argument des Hyperbeltangens entwickeln und man erhält die als Curie-Gesetz bekannte $1/T$ -Abhängigkeit der Magnetisierung:

$$M \approx \frac{N (\tilde{g}\mu_B)^2 B}{V 4k_B T} = \frac{\lambda H}{T} . \quad (2.15)$$

Bei tiefen Temperaturen weicht der Verlauf der Magnetisierung vom Curie-Verhalten ab und sättigt bei einem Wert von $N\tilde{g}\mu_B/2V$. Dies ist nicht weiter verwunderlich, da sich im Grenzfall $T \rightarrow 0$ alle magnetischen Momente parallel zum äußeren Magnetfeld ausrichten und somit die maximale Magnetisierung erreicht wird.

2.2.3 Detektorsignal im Falle wechselwirkungsfreier magnetischer Momente

Wie bereits in Kapitel 2.1 beschrieben, führt ein Energieeintrag δE im Detektor zu einer Magnetisierungsänderung δM beziehungsweise zu einer Änderung des magnetischen Moments $\delta m = V \cdot \delta M$ des Sensors. Es bietet sich an, hier das magnetische Moment m anstelle der Magnetisierung M zu betrachten, da dieses unabhängig von der Sensorgeometrie ist. Nimmt man an, dass die gesamte deponierte Energie δE in das System der magnetischen Momente fließt, so verursacht diese ein Umklappen von δN Spins, die jeweils die Energie $\tilde{g}\mu_B B$ aufnehmen. Somit ändert sich das magnetische Moment des Sensors um

$$\delta m = V \frac{\partial M}{\partial T} \delta T = V \frac{\partial M}{\partial T} \frac{\delta E}{C_Z} = -\frac{\delta E}{B}. \quad (2.16)$$

Die Änderung des magnetischen Moments ist also invers proportional zum Magnetfeld B . Dies ist verständlich, da die Zeeman-Aufspaltung linear mit B wächst und somit mehr Spins bei kleineren Magnetfeldern umgeklappt werden.

In einem realen Detektor tragen jedoch auch die Systeme der Phononen und der Leitungselektronen zur Wärmekapazität bei. Dadurch wird nicht die gesamte Energie δE sondern nur der Anteil

$$\delta E_Z = \frac{C_Z}{C_Z + C_{\text{ph}} + C_{\text{el}}} \delta E \quad (2.17)$$

von dem System der magnetischen Momente aufgenommen, sodass sich die Magnetfeldabhängigkeit der Änderung des magnetischen Moments drastisch ändert. Die Größen C_{ph} und C_{el} bezeichnen hier die Wärmekapazitäten der Phononen beziehungsweise der Leitungselektronen. In Abbildung 2.4 ist die Änderung des magnetischen Moments eines Sensors mit den Maßen $2 \text{ mm} \times 0,5 \text{ mm} \times 3 \mu\text{m}$ bei einem Energieeintrag von 100 keV für zwei verschiedene Temperaturen dargestellt. Da der Beitrag der Phononen zur Wärmekapazität proportional zu T^3 ist, kann er bei solchen tiefen Temperaturen in der Berechnung vernachlässigt werden. Die Änderung des magnetischen Moments δm zeigt bei kleinen Magnetfeldern zunächst ein lineares Verhalten, da hier die Wärmekapazität des Spinsystems proportional zu B^2 steigt. Daher gilt für die Änderung des magnetischen Moments

$$\delta m = \frac{\delta E_Z}{B} \propto B. \quad (2.18)$$

Danach durchläuft δm ein temperaturabhängiges Maximum, in dem die Wärmekapazitäten der Spins und der Elektronen annähernd gleich sind:

$$C_Z(B_{\text{max}}, T) \approx C_{\text{el}}(B_{\text{max}}, T). \quad (2.19)$$

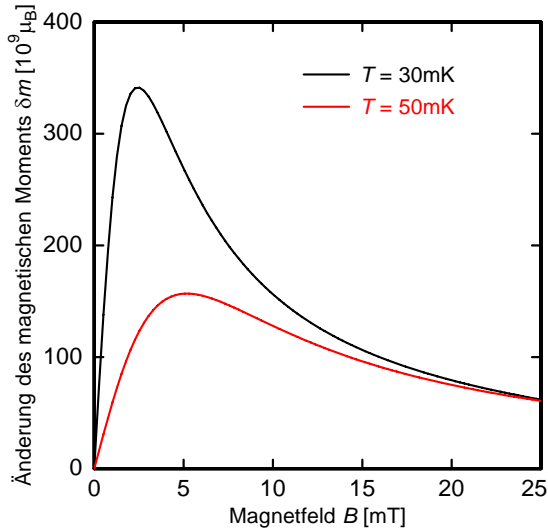


Abb. 2.4: Änderung des magnetischen Moments δm als Funktion des Magnetfelds B für einen Sensor mit Volumen $2\text{ mm} \times 0,5\text{ mm} \times 3\text{ }\mu\text{m}$ und einer Erbium-Konzentration von 612 ppm.

Bei höheren Magnetfeldern ist die Wärmekapazität des Spinsystems größer als die der Leitungselektronen, sodass fast die gesamte Energie δE an die Spins abgegeben wird und die in Gleichung 2.16 angegebene $1/B$ -Abhängigkeit zu beobachten ist.

2.2.4 Thermodynamische Beschreibung von Au:Er im Modell wechselwirkender magnetischer Momente

In den vorherigen Abschnitten wurde bei der Beschreibung von Au:Er berücksichtigt, dass die Erbium-Ionen vom Kristallgitter beeinflusst werden. Eine Wechselwirkung der Erbium-Ionen untereinander wurde aber bisher nicht betrachtet. Dies ist allerdings notwendig, um Theorie und experimentelle Ergebnisse in Einklang zu bringen. Es existieren in Au:Er mehrere Wechselwirkungsmechanismen zwischen den Erbium-Ionen, von denen die Dominantesten, die Dipol-Dipol-Wechselwirkung sowie die sogenannte RKKY-Wechselwirkung, im Folgenden diskutiert werden sollen. Eine direkte Austauschwechselwirkung der $4f$ -Elektronen benachbarter Erbium-Ionen kann bei der Beschreibung von Au:Er vernachlässigt werden, da diese Elektronen weit im Inneren des Ions liegen und da die Konzentration der Erbium-Ionen mit $x < 1000$ ppm hinreichend gering ist.

Dipol-Dipol-Wechselwirkung

Zwei paramagnetische Ionen an den Stellen \mathbf{r}_i und \mathbf{r}_j können über ihre magnetischen Momente $\boldsymbol{\mu}_i$, $\boldsymbol{\mu}_j$ miteinander wechselwirken. Dies kann im Hamiltonoperator durch

den folgenden Zusatzterm berücksichtigt werden:

$$\mathcal{H}_{ij}^{\text{Dipol}} = \underbrace{\frac{\mu_0}{4\pi} (\tilde{g}\mu_B)^2 (2k_F)^3}_{\Gamma_{\text{Dipol}}} (\tilde{\mathbf{S}}_i \cdot \tilde{\mathbf{S}}_j) \frac{1 - 3 \left(\tilde{\mathbf{S}}_i \cdot \hat{\mathbf{r}}_{ij} \right) \left(\tilde{\mathbf{S}}_j \cdot \hat{\mathbf{r}}_{ij} \right) / \left(\tilde{\mathbf{S}}_i \cdot \tilde{\mathbf{S}}_j \right)}{(2k_F r_{ij})^3}. \quad (2.20)$$

Hier bezeichnet $\hat{\mathbf{r}}_{ij}$ den Einheitsvektor in Richtung der Verbindung der zwei magnetischen Momente und r_{ij} deren Abstand. Der Vorfaktor Γ_{Dipol} beträgt 0,0343 eV. Mit $k_F = (3\pi^2 n)^{1/3}$ ist der Fermi-Wellenvektor und mit n die Leitungselektronendichte bezeichnet. Der Fermi-Wellenvektor k_F wurde hier künstlich in Zähler und Nenner eingeführt, um den späteren Vergleich mit der RKKY-Wechselwirkung zu ermöglichen.

RKKY-Wechselwirkung

Die $4f$ -Elektronen eines einzelnen Erbium-Ions können eine direkte Austauschwechselwirkung mit den Leitungselektronen des Wirtsmetalls eingehen. Somit entsteht eine indirekte Austauschwechselwirkung der lokalisierten $4f$ -Elektronen verschiedener Erbium-Ionen. Diese sogenannte RKKY-Wechselwirkung² lässt sich wie die Dipol-Dipol-Wechselwirkung durch einen zusätzlichen Term

$$\mathcal{H}_{ij}^{\text{RKKY}} = \underbrace{\mathcal{J}^2 \tilde{g} (g_J - 1)^2 \frac{4V_p^2 m_e^* k_F^4}{g_J^2 (2\pi)^3 \hbar^2}}_{\Gamma_{\text{RKKY}}} (\tilde{\mathbf{S}}_i \cdot \tilde{\mathbf{S}}_j) F(2k_F r_{ij}) \quad (2.21)$$

in den Hamiltonoperator einbeziehen. Der Faktor \mathcal{J} gibt hierbei die Stärke der Wechselwirkung zwischen den lokalisierten $4f$ -Elektronen und den umgebenden Leitungselektronen an. Neben dem effektiven Landé-Faktor \tilde{g} taucht hier außerdem der Landé-Faktor freier Er^{3+} -Ionen g_J auf. Ferner bezeichnen V_p das Volumen der primitiven Elementarzelle des Wirtsmaterials Gold und m_e^* die effektive Masse der Leitungselektronen. Bei $F(\rho)$ handelt es sich um die sogenannte Kittel-Funktion

$$F(\rho) = \frac{\left(\cos \rho + \frac{1}{\rho} \sin \rho \right)}{\rho^3}. \quad (2.22)$$

Die RKKY-Wechselwirkung besitzt somit als Funktion des Abstands ein oszillatorisches Verhalten und verschwindet zu großen Abständen der Erbium-Ionen proportional zu r_{ij}^{-3} . Da die Dipol-Dipol-Wechselwirkung ebenfalls eine r_{ij}^{-3} -Abhängigkeit besitzt, drücken wir im Folgenden die Stärke der RKKY-Wechselwirkung relativ zu der der Dipol-Dipol-Wechselwirkung aus und verwenden hierfür den dimensionslosen Wechselwirkungsparameter

$$\alpha := \frac{\Gamma_{\text{RKKY}}}{\Gamma_{\text{Dipol}}}. \quad (2.23)$$

²Benannt nach ihren Entdeckern M. A. Rudermann, C. Kittel, T. Kasuya und K. Yosida

2.2.5 Einfluss des Isotops ^{167}Er

Erbium tritt in seiner natürlichen Zusammensetzung in sechs verschiedenen Isotopen mit Massenzahlen von 162 bis 170 auf. Fünf dieser Isotope tragen keinen Kernspin, nur das Isotop ^{167}Er besitzt einen Kernspin $I = 7/2$. Die Kernspins dieses Isotops beeinflussen bei tiefen Temperaturen sowohl die Magnetisierung als auch die Wärmekapazität von Au:Er. Da ^{167}Er mit etwa 23% einen relativ großen Anteil der natürlichen Isotopenmischung von Erbium bildet, ist der Einfluss der Kernspins nicht zu vernachlässigen. In diesem Isotop kombinieren Kernspin und der Quasispin $\tilde{S} = 1/2$ der $4f$ -Elektronen zum Gesamtspin $F = 3$ oder $F = 4$, wobei die Aufspaltung der beiden $(2F + 1)$ -fach entarteten Zustände im Nullfeld etwa $\Delta E/k_B \approx 140$ mK beträgt. Im Magnetfeld wird diese Entartung aufgehoben und man erhält die in Abbildung 2.5 dargestellte Hyperfeinaufspaltung des Γ_7 -Grundzustands-Doublets der Erbium-Ionen [Sjö75].

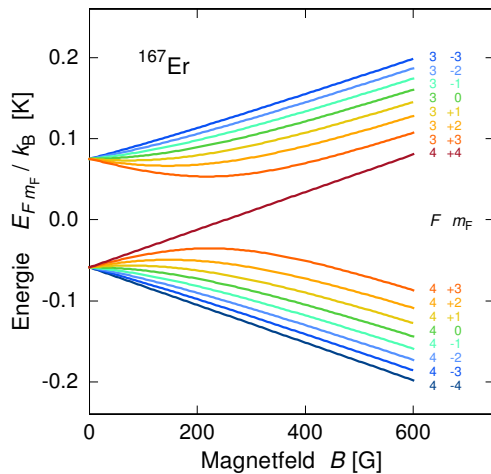


Abb. 2.5: Hyperfeinaufspaltung des Γ_7 -Grundzustands-Doublets in ^{167}Er mit den den Niveaus entsprechenden Quantenzahlen F und m_F .

Wir betrachten im Folgenden die für den Detektorbetrieb relevanten Magnetfelder $B < 200$ G. Die bei der Absorption eines Teilchens aufgenommene Energie verursacht nun Übergänge von einem dieser hyperfeinaufgespalteten Niveaus in ein höheres. Geschieht dieser Übergang innerhalb eines Multipletts, also bei konstantem Gesamtspin F , so ist damit eine Umorientierung des magnetischen Moments des Ions und somit eine Magnetisierungsänderung verbunden. Übergänge von $F = 4$ in einen Zustand mit $F = 3$ ändern hingegen nicht notwendigerweise das magnetische Moment. Solche Übergänge tragen somit nicht zur Änderung des magnetischen Moments des Sensors bei und reduzieren die Signalgröße.

In Abbildung 2.6 ist die spezifische Wärme von Au:Er mit 480 ppm als Funktion der Temperatur für verschiedene Magnetfeldstärken dargestellt [Fle03]. Man erkennt bei tiefen Temperaturen ein magnetfeldabhängiges Maximum, das sich aus

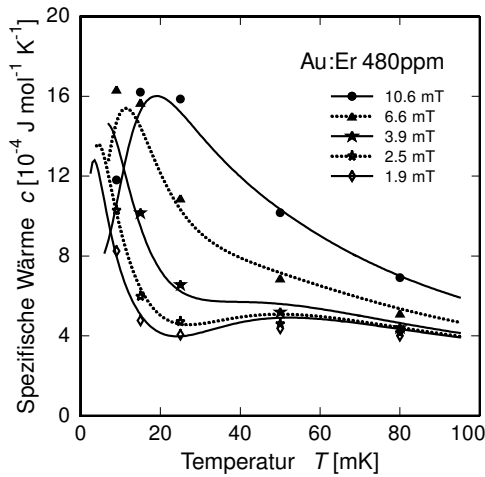


Abb. 2.6: Spezifische Wärme von Au:Er mit 480 ppm natürlichem Erbium für verschiedene Magnetfelder. Daten sind mit Punkten, theoretische Berechnungen aus der Molekularfeldnäherung mit Linien dargestellt. [Fle03]

der Schottky-Anomalie der kernspinlosen Isotope (s. Kapitel 2.2.2) und der der Übergänge innerhalb der Gruppe von Niveaus mit $F = 4$ zusammensetzt. Die spezifische Wärme besitzt außerdem ein zusätzliches Maximum bei etwa 55 mK. Dies wird verursacht durch Übergänge von Zuständen mit $F = 3$ zu Niveaus mit Gesamtspin $F = 4$.

Um den Einfluss der Kernspins zu vermindern, bietet sich die Verwendung von angereichertem Erbium an, bei dem der Anteil des Isotops ^{167}Er auf wenige Prozent reduziert ist. Für den Sensor des in dieser Arbeit verwendeten Detektors wurde jedoch Erbium mit natürlicher Isotopenzusammensetzung verwendet, da die Au:Er-Sensoren durch Kathodenzerstäubung hergestellt wurden (siehe Kapitel 4.2) und hierfür nur ein Target mit natürlicher Isotopenzusammensetzung zur Verfügung stand.

2.2.6 Einfluss der Kernquadrupolmomente in Gold

In mehreren Messungen ([Fle98], [Hor99], [Gör01]) wurde beobachtet, dass neben den thermodynamischen Systemen der $4f$ -Elektronen der Erbium-Ionen, der Kernspins von ^{167}Er und der Leitungselektronen ein weiterer Beitrag zur Wärmekapazität vorhanden zu sein scheint. Dies macht sich bemerkbar durch eine nahezu temperaturunabhängige Relaxationszeit im Bereich $100 \mu\text{s}$ bis 1 ms , die allerdings eine Magnetfeldabhängigkeit aufweist. Dieser scheint im relevanten Temperaturbereich zwischen 10 mK und 100 mK annähernd proportional zur inversen Temperatur zu verlaufen. Höchstwahrscheinlich ist diese zusätzliche Wärmekapazität durch die Quadrupolmomente der Goldkerne bestimmt³. Er^{3+} -Ionen in der Nähe der Goldkerne erzeugen einen elektrischen Feldgradienten, wodurch eine Quadrupolaufspaltung entsteht.

Im Gegensatz zu Gold besitzen die beiden stabilen Silberisotope ^{107}Ag und ^{109}Ag

³Gold besitzt nur ein stabiles Isotop, ^{197}Au , das einen Kernspin von $I = 3/2$ und ein Kernquadrupolmoment von $0,547 \text{ barn}$ besitzt [Wea82].

kein Kernquadrupolmoment. In Experimenten an Ag:Er konnte ein zusätzliches thermodynamisches System wie in Au:Er nicht nachgewiesen werden [Gör01]. Dadurch wird die Annahme gestärkt, dass es sich bei dem hier beschriebenen Beitrag zur Wärmekapazität um das System der Kernquadrupole handelt.

2.3 Magnetische Kalorimeter mit mäanderförmiger Detektionsspule

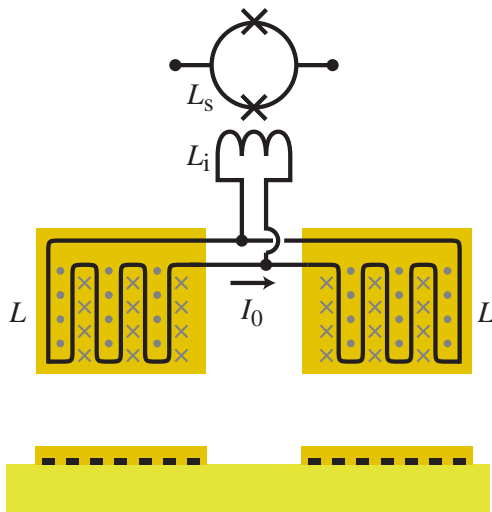


Abb. 2.7: Skizze eines magnetischen Kalorimeters mit mäanderförmiger Detektionsspule als gradiometrischer Aufbau mit Transformatorkopplung.

Neben der in Kapitel 2.1 gezeigten einfachen Geometrie eines magnetischen Kalorimeters existiert die Möglichkeit, die Detektionsspule zu einem planaren Mäander zu deformieren und diese mit dem paramagnetischen Sensor zu bedecken [Bur04]. Die Streifen der Detektionsspule werden dabei aus einem supraleitenden Material, in den meisten Fällen Niob, hergestellt und mit einer dünnen nichtleitenden Schicht (zum Beispiel SiO_2) vom darüber liegenden Sensor isoliert. Über einen Dauerstrom I_0 in dem supraleitenden Mäander lässt sich das Magnetfeld erzeugen, das zum Ausrichten der magnetischen Momente im Sensor benötigt wird. Jedoch ist zu beachten, dass dieses Magnetfeld hochgradig inhomogen ist und senkrecht zur Mäanderebene annähernd exponentiell abfällt. Ein solcher Aufbau lässt sich, wie in Abbildung 2.7 dargestellt, auch als Gradiometer und mit Transformatorkopplung verwenden. Eine Transformatorkopplung erlaubt die räumliche Separation von Sensor und SQUID. Außerdem können in einer solchen Schaltung kommerziell erhältliche SQUIDs verwendet werden. Die Verschaltung zweier Mäander zu einem Gradiometer eliminiert den Einfluss äußerer Temperaturschwankungen auf das Detektorsignal, da sich die durch Temperaturänderungen in beiden Sensoren induzierten Ströme in den Mäandern gegenseitig aufheben. Des weiteren erhält man auf diese Art einen Detektor mit zwei

Pixeln, da die Absorption eines Photons in dem einen Sensor ein positives Signal und in dem anderen ein negatives Signal erzeugt.

2.3.1 Magnetfeldverteilung im Sensor

Das durch einen Dauerstrom in der mäanderförmigen Detektionsspule erzeugte Magnetfeld lässt sich nur schwer analytisch berechnen. Daher wurde im Rahmen dieser Arbeit auf eine numerische Berechnung mittels einer Finite-Elemente-Simulation zurückgegriffen, um die Magnetfeldverteilung im Sensor zu erhalten. In diesem Fall wurde die Finite-Elemente-Software FEMM 4.0⁴ verwendet, die in der Lage ist, quasi-zweidimensionale Probleme der Elektro- und Magnetostatik zu simulieren.

Das hier vorliegende dreidimensionale Problem der Magnetfeldverteilung im Sensor lässt sich unter der Annahme unendlich langer Streifen, die abwechselnd von einem Strom $+I_0$ und $-I_0$ durchflossen werden, auf die Betrachtung einer Ebene senkrecht zum Verlauf der Mäanderstreifen und somit auf ein quasi-zweidimensionales Problem reduzieren. Dies ist gerechtfertigt, da die Verbindungen zwischen den Streifen nur in einem kleinen Randbereich der Mäanderfläche auftreten. Des Weiteren lässt sich das Problem durch periodische Randbedingungen, also durch Annahme unendlich vieler Mäanderstreifen, weiter vereinfachen. Da die in Kapitel 3.5 vorgestellte Detektorgeometrie 200 Streifen besitzt, wird durch diesen Schritt das Ergebnis nicht wesentlich verfälscht.

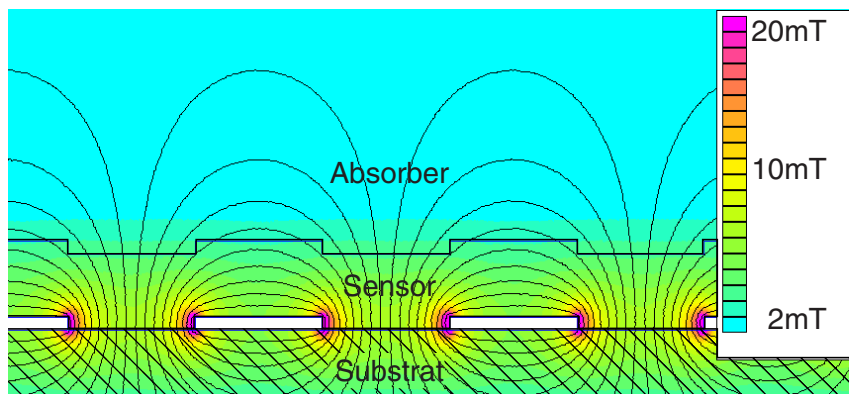


Abb. 2.8: Simulierte Magnetfeldverteilung im Sensor bei einem Dauerstrom von 100 mA im Mäander. Dargestellt sind die Feldlinien und als Falschfarben der Betrag des Magnetfeldes.

In der Simulation wird angenommen, dass die Mäanderstreifen supraleitend sind und sich damit perfekt diamagnetisch verhalten. Da Au:Er mit der hier betrachteten Erbium-Konzentration eine sehr kleine Suszeptibilität $\chi < 0,2$ besitzt, wollen wir

⁴Finite Element Method Magnetics, Version 4.0, D. Meeker.

hier dessen Einfluss auf die Magnetfeldverteilung vernachlässigen. Auf die Anwesenheit eines Absorbers über dem Sensor wurde in der Simulation verzichtet, da der in dieser Arbeit entwickelte Detektor für Goldabsorber, also für ein Material mit kleiner Suszeptibilität, ausgelegt ist. Bei der Verwendung supraleitender Absorber wie zum Beispiel Rhenium [Hau06] oder Aluminium [Wel08] darf diese Vereinfachung nicht gemacht werden, da Supraleiter das Magnetfeld aus ihrem Inneren verdrängen und dabei das Feld im Sensor verformen.

Abbildung 2.8 zeigt die simulierte Verteilung des Magnetfelds im Sensor für einen Feldstrom von $I_0 = 100$ mA. Die verwendete Breite der Mäanderstreifen beträgt $w = 5 \mu\text{m}$ und deren Mitte-zu-Mitte-Abstand $p = 10 \mu\text{m}$.

Nimmt man für den Sensor eine Höhe von $h = 3 \mu\text{m}$ an, so lässt sich aus der Simulation die Häufigkeitsverteilung $P(B)$ des Betrags des Magnetfeldes B im Sensorvolumen bestimmen. Diese ist in Abbildung 2.9 dargestellt.

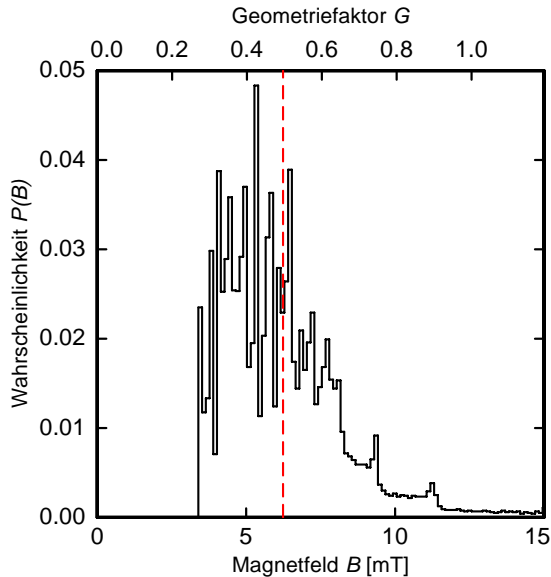


Abb. 2.9: Häufigkeitsverteilung der Magnetfeldstärke B und des zugehörigen Geometriefaktors G (siehe Kapitel 2.3.2) in dem $3 \mu\text{m}$ hohen Sensor bei einem Dauerstrom von 100 mA. Die gestrichelte rote Linie markiert den Mittelwert $\langle B \rangle = 6,24$ mT beziehungsweise $\langle G \rangle = 0,50$.

2.3.2 Detektorsignal im Mäander

Die Flussänderung $\delta\Phi$, die in einer kreisförmigen Leiterschleife mit Radius r von einer Änderung des magnetischen Moments δm eines zylindrischen Sensors erzeugt wird, lässt sich durch

$$\delta\Phi = \mu_0 \frac{G}{r} \delta m \quad (2.24)$$

ausdrücken, wobei $\mu_0 = 4\pi \cdot 10^{-7}$ Vs/Am die Permeabilität des Vakuums darstellt. Der dimensionslose Parameter G wird als Geometriefaktor bezeichnet und beschreibt

die Kopplung zwischen Sensor und Detektionsschleife. Er hängt sowohl von der relativen Form von Sensor und Spule und deren relativen Anordnung ab, aber nicht von der absoluten Größe. Für typische Geometrien nimmt er einen Wert zwischen 0,5 und 1 an.

Für mäanderförmige Detektionsschleifen lässt sich ein ähnlicher Ansatz formulieren, wobei hier aufgrund der starken Inhomogenität des Magnetfelds der Geometriefaktor $G = G(\mathbf{r}/p)$ ortsabhängig ist. Für die von einer Magnetisierungsänderung $\delta M(\mathbf{r})$ eines infinitesimalen Volumens dV am Ort \mathbf{r} hervorgerufene Flussänderung $d(\delta\Phi)$ erhält man

$$d(\delta\Phi) = \mu_0 \frac{G(\mathbf{r}/p)}{p} \delta M(\mathbf{r}) dV . \quad (2.25)$$

Die Größe p stellt den Mitte-zu-Mitte-Abstand zweier Mäanderstreifen dar. Wie in [Bur04] gezeigt, lässt sich der Geometriefaktor über

$$B(\mathbf{r}) = \mu_0 G(\mathbf{r}/p) \frac{I_0}{p} \quad (2.26)$$

mit dem Betrag $B(\mathbf{r})$ des Magnetfelds in Verbindung setzen, wodurch sich aus den Gleichungen 2.1, 2.2 und 2.25 die Änderung des magnetischen Flusses pro Energieeintrag bestimmen lässt zu

$$\frac{\partial\Phi}{\partial E} = \left(C_{\text{abs}} + \int_{V_{\text{sens}}} c_{\text{sens}}(\mathbf{r}) d^3r \right)^{-1} \int_{V_{\text{sens}}} \mu_0 \frac{G(\mathbf{r}/p)}{p} \frac{\partial M(\mathbf{r})}{\partial T} d^3r . \quad (2.27)$$

Da sich die Ortsabhängigkeit der spezifischen Wärme des Sensors $c_{\text{sens}}(\mathbf{r})$, des Geometriefaktors $G(\mathbf{r}/p)$ und der Magnetisierung $M(\mathbf{r})$ in eine Magnetfeldabhängigkeit überführen lässt, kann in obiger Gleichung die Integration über das Sensorvolumen V_{sens} durch eine Integration über die Magnetfeldverteilung $P(B)$ ersetzt werden. Unter Verwendung der Schreibweise

$$\langle X \rangle = \int_0^\infty X P(B) dB \quad (2.28)$$

für den Mittelwert der Größe X , lässt sich Gleichung 2.27 umformulieren zu

$$\frac{\partial\Phi}{\partial E} = \frac{V_{\text{sens}}}{C_{\text{abs}} + V_{\text{sens}} \langle c_{\text{sens}} \rangle} \left\langle \mu_0 \frac{G}{p} \frac{\partial M}{\partial T} \right\rangle . \quad (2.29)$$

2.3.3 Detektorsignal im SQUID

Da in dieser Arbeit ein magnetisches Kalorimeter verwendet wird, das transformatorgekoppelt über ein SQUID ausgelesen wird, ist natürlich die Flussänderung im

SQUID pro Energieeintrag die Größe, die zur Identifikation der absorbierten Energie benötigt wird. Eine Flussänderung $\delta\Phi$ im Mäander erzeugt aufgrund der Flusserrhaltung und der Kirchhoffschen Regeln einen Strom

$$\delta I = \frac{\delta\Phi}{L_m + 2(L_i + L_w)} \quad (2.30)$$

in der Einkoppelspule zum SQUID. L_m ist hier die Induktivität eines Mäanders, L_i die der Einkoppelspule und L_w die der Verbindungsleitungen zwischen Mäander und Einkoppelspule⁵. Dieser Strom bewirkt in der SQUID-Schleife eine Flussänderung

$$\delta\Phi_s = M_{is}\delta I = \frac{k\sqrt{L_i L_s}}{L_m + 2(L_i + L_w)}\delta\Phi, \quad (2.31)$$

wobei $M_{is} = k\sqrt{L_i L_s}$ die Gegeninduktivität zwischen Einkoppelspule und SQUID beschreibt. In [Fle05] wurde die Induktivität eines Mäanders numerisch berechnet und der Zusammenhang

$$L_m = l\mu_0 \frac{A}{p} \quad (2.32)$$

zur vom Mäander abgedeckten Fläche A und dem Mitte-zu-Mitte-Abstand p der Streifen gefunden. Der Vorfaktor l ist abhängig vom Verhältnis w/p der Streifenbreite zum Mitte-zu-Mitte-Abstand. Für den in dieser Arbeit beschriebenen Detektor gilt $w/p = 0,5$, so dass der Vorfaktor den Wert $l = 0,22$ besitzt. Für den im Rahmen dieser Arbeit entwickelten Detektor und mit dem verwendeten SQUID gilt $L_m = 27,6$ nH, $L_i = 23,2$ nH und $M_{is} = 0,941$ nH. Für die Induktivität der Verbindungsleitungen kann ein Wert von $L_w = 1,6$ nH angenommen werden. Mit diesen Werten erhält man, dass nur $\delta\Phi_s/\delta\Phi = 1,2$ % der Flussänderung im Mäander auch vom SQUID gesehen wird. Dieser Kopplungsfaktor erscheint klein, wird jedoch hauptsächlich durch die Tatsache bewirkt, dass die Induktivität des SQUIDs L_s sehr viel kleiner ist als die des Mäanders L_m . Das Verhältnis beider Induktivitäten geht über einen Faktor $\sqrt{L_s/L_m}$ in obigen Kopplungsfaktor ein. Berücksichtigt man, dass das Flussrauschen von SQUIDs, die am Quantenlimit betrieben werden, proportional zu $\sqrt{L_s}$ ist, so stellt man fest, dass die Transformatorkopplung in ein SQUID mit um Größenordnungen kleinerer Induktivität zwar die Signalgröße drastisch reduziert, das Signal-zu-Rauschen-Verhältnis allerdings nur um etwa einen Faktor 2 verringert wird, sofern wie hier die Induktivität der Mäander und die Einkoppelinduktivität L_i in etwa $L_m \approx 2L_i$ erfüllen.

⁵In dem in Kapitel 3.5 beschriebenen Detektor ist L_w im Wesentlichen durch die Induktivität der Bonddrähte zwischen Detektorchip und SQUID-Chip gegeben.

3. Optimierung des Detektordesigns

Eine für die Verwendung eines Detektors stets relevante Größe stellt das Verhältnis von Signal zu Rauschen dar. Das Rauschen eines magnetischen Kalorimeters setzt sich aus diversen Beiträgen zusammen, die in diesem Kapitel diskutiert werden sollen. Für eine vereinfachte Beschreibung der Rauschbeiträge und des Signals ist es sinnvoll, nicht die zeitliche Entwicklung dieser Größen sondern deren Fouriertransformierte zu betrachten. Im Frequenzraum kann man den Rauschbeiträgen meist einfache Funktionen zuordnen, wohingegen eine Analyse der Zeitabhängigkeit sich im Allgemeinen sehr schwer gestaltet.

Anhand der Abhängigkeiten der verschiedenen Rauschbeiträge und des Detektorsignals bei der Absorption von Röntgenquanten von diversen Parametern lassen sich Optimierungsrechnungen durchführen, so dass ein auf eine konkrete Anwendung zugeschnittenes magnetisches Kalorimeter mit bestmöglicher Energieauflösung entwickelt werden kann. Wie man im Laufe dieses Kapitels sehen wird, stellen die Geometrie des paramagnetischen Sensors und der mäanderförmigen Detektionsspule, die im Sensor enthaltene Erbium-Konzentration sowie der in der Detektionsspule eingefrorene Dauerstrom die zu optimierenden Parameter dar.

3.1 Der Detektor als kanonisches Ensemble mit zwei diskreten Subsystemen

Um ein magnetisches Kalorimeter bezüglich dessen Antwort auf äußere Wärmeeinträge und in Bezug auf thermodynamische Fluktuationen verstehen zu können, kann man sich dieses im Modell eines kanonischen Ensembles mit zwei diskreten Subsystemen vorstellen. Eines davon stellt das Zeeman-System der Spins im Sensor dar, das andere besteht aus den Leitungselektronen von Sensor und Absorber. Mit C_z bzw. C_e seien in diesem Abschnitt die Wärmekapazitäten des Zeeman- bzw. des Elektronensystems bezeichnet. Die beiden Subsysteme können über die thermische Kopplung G_{ze} Wärme untereinander austauschen. Desweiteren ist das System der Leitungselektronen über die thermische Kopplung G_{eb} mit einem Wärmebad der Temperatur T verbunden. Um die Fluktuationen der Energie zwischen den Subsystemen beziehungsweise zwischen Elektronensystem und Wärmebad zu berücksichtigen, werden die Rauschquellen P_{ze} bzw. P_{eb} parallel zu den Kopplungen in das Modell eingefügt. Eine Darstellung des Modells ist in Abbildung 3.1 zu sehen. Die Differentialgleichungen zur Beschreibung des Wärmeinhalts des Spin- bzw. des Elektronensystems

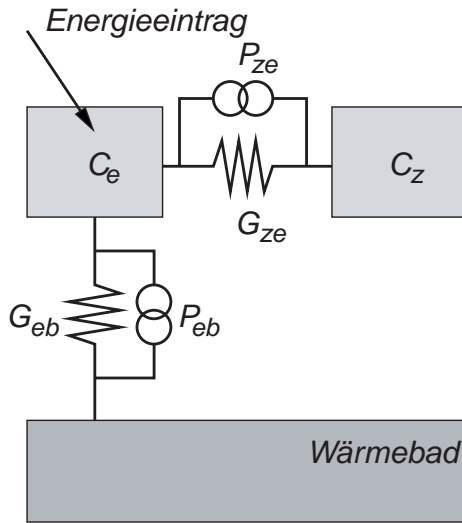


Abb. 3.1: Modell des Detektors als kanonisches Ensemble mit zwei diskreten Subsystemen.

nehmen somit folgende Form an:

$$C_z \dot{T}_z = G_{ze} (T_e - T_z) + P_{ze}(t) \quad (3.1)$$

$$C_e \dot{T}_e = -G_{ze} (T_e - T_z) - G_{eb} (T_e - T_b) - P_{ze}(t) - P_{eb}(t) + \dot{Q}(t). \quad (3.2)$$

Die Temperatur des Zeeman-Systems ist hier mit T_z bezeichnet, die des Elektronensystems mit T_e und die des Wärmebads mit T_b . Der Summand $\dot{Q}(t)$ berücksichtigt einen äußeren Wärmeeintrag in das Elektronensystem, also zum Beispiel die Absorption eines Photons.

3.1.1 Punktantwort des Detektors

Mit Hilfe der Gleichungen 3.1 und 3.2 lässt sich die Antwort des Detektors auf einen äußeren Wärmeeintrag bestimmen. Hierbei werden die beiden Rauschquellen P_{ze} und P_{eb} vernachlässigt und die von außen in das System der Leitungselektronen eingetragene Leistung habe die Form

$$\dot{Q}(t) = E\delta(t) \quad (3.3)$$

mit der Diracschen Delta-Funktion $\delta(t)$ und der Energie E des absorbierten Teilchens.

Löst man nun die Differentialgleichungen 3.1 und 3.2, so findet man für den zeitlichen Verlauf der Energie im Zeeman-System $E_z(t) = Ep(t)$ mit der Punktantwortfunktion

$$p(t) = \beta \left(-e^{-t/\tau_0} + e^{-t/\tau_1} \right). \quad (3.4)$$

Die Zeitkonstanten τ_0 und τ_1 , die den Anstieg und den Abfall der inneren Energie des Spinsystems beschreiben, sind hier Funktionen der thermischen Kopplungen G_{ze} ,

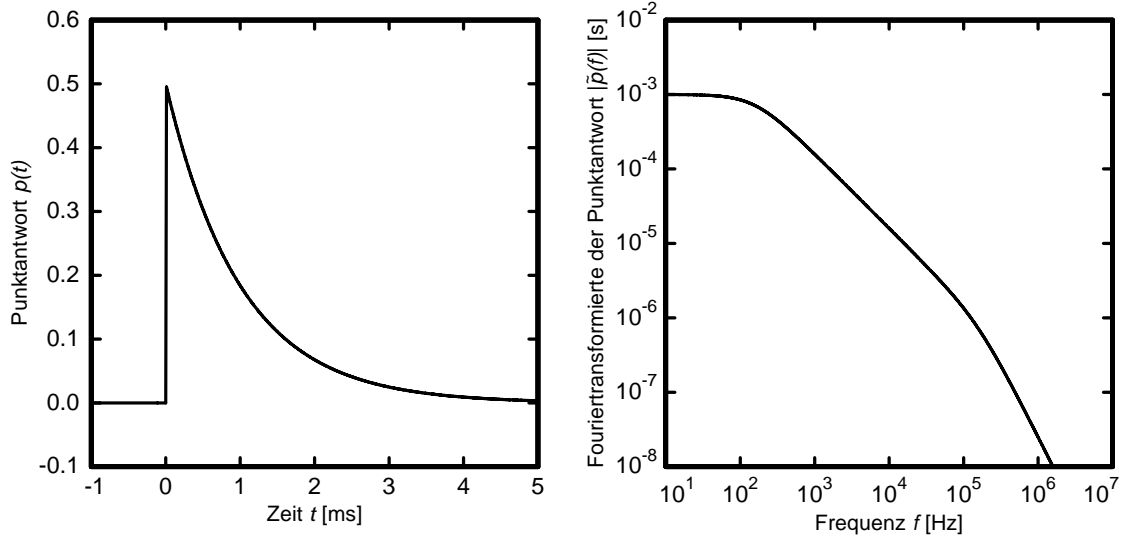


Abb. 3.2: Punktantwortfunktion $p(t)$ (links) und deren Fouriertransformierte $|\tilde{p}(f)|$ (rechts) für einen Detektor mit $C_e = C_z = 0,4 \text{ nJ/K}$, $\tau_0 = 1 \mu\text{s}$ und $\tau_1 = 1 \text{ ms}$.

G_{eb} sowie der Wärmekapazitäten C_z , C_e . Der Faktor

$$\beta = \frac{C_z}{C_z + C_e} \quad (3.5)$$

beschreibt den Anteil der Spin-Wärmekapazität an der gesamten Wärmekapazität. Transformiert man Gleichung 3.4 in den Frequenzraum unter Beschränkung auf positive Frequenzen und für den Fall $\beta \approx 0,5$ und $\tau_0 \ll \tau_1$, so erhält man

$$|\tilde{p}(f)| \approx \frac{2\tau_1\beta}{\sqrt{1 + (2\pi\tau_0 f)^2} \sqrt{1 + (2\pi\tau_1 f)^2}}. \quad (3.6)$$

Der Wechsel in den Frequenzraum wird in Kapitel 3.3 bei der Berechnung der Energieauflösung des Detektors von Nutzen sein. In Abbildung 3.2 sind die Punktantwort und deren Fouriertransformierte für einen Detektor mit Wärmekapazitäten $C_e = C_z = 0,4 \text{ nJ/K}$ und mit Zeitkonstanten $\tau_0 = 1 \mu\text{s}$ und $\tau_1 = 1 \text{ ms}$ zu sehen¹. Man erkennt, dass $|\tilde{p}(f)|$ bei kleinen Frequenzen konstant ist, oberhalb von $1/2\pi\tau_1$ mit $1/f$ und bei Frequenzen oberhalb von $1/2\pi\tau_0$ proportional zu $1/f^2$ abfällt.

3.1.2 Thermodynamische Fluktuationen

Die Differentialgleichungen 3.1 und 3.2 können neben der Berechnung der Punktantwort auch zur Betrachtung der thermodynamischen Fluktuationen des Energie-

¹Die Wärmekapazitäten entsprechen hierbei in etwa denen des in Kapitel 3.5 vorgestellten Detektors bei 30 mK und einem felderzeugenden Strom von 100 mA.

inhalts des Zeeman-Systems der Spins im Sensor verwendet werden. In diesem Fall betrachtet man die Gleichungen ohne äußeren Wärmeeintrag ($\dot{Q}(t) = 0$), aber mit den beiden Rauschquellen P_{ze} und P_{eb} . Deren Leistungsspektren lassen sich analog zum Stromrauschen eines elektrischen Widerstands angeben als $S_{P_{ze}} = 4k_B T^2 G_{ze}$ beziehungsweise $S_{P_{eb}} = 4k_B T^2 G_{eb}$.

Damit erhält man aus den Differentialgleichungen nach Transformation in den Frequenzraum das Leistungsspektrum der Energiefluktuationen im Zeeman-System

$$S_{E_z}(f) = k_B T^2 C_z \left(\frac{4\alpha_0 \tau_0}{1 + (2\pi\tau_0 f)^2} + \frac{4\alpha_1 \tau_1}{1 + (2\pi\tau_1 f)^2} \right). \quad (3.7)$$

Hier tauchen wieder die charakteristischen Zeitkonstanten τ_0 und τ_1 aus Gleichung 3.4 auf. Bei den dimensionslosen Größen α_0 und α_1 handelt es sich um Abkürzungen für längliche Terme, in die die Wärmekapazitäten und die Zeitkonstanten eingehen. Sie erfüllen die einfache Gleichung $\alpha_0 + \alpha_1 = 1$. Außerdem können in dem Fall, dass die Wärmekapazitäten von Spins und Elektronen nicht zu verschieden sind ($C_z \approx C_e$) und dass $\tau_0 \ll \tau_1$ gilt, die Näherungen $\alpha_0 \approx 1 - \beta$ und $\alpha_1 \approx \beta$ mit $\beta = C_z / (C_z + C_e)$ verwendet werden.

3.2 Weitere Rauschbeiträge

Neben den in Kapitel 3.1.2 beschriebenen thermodynamischen Fluktuationen treten noch weitere intrinsische Rauschbeiträge in einem metallischen magnetischen Kalorimeter auf. Zum einen beobachtet man in Detektoren, die Au:Er als paramagnetischen Sensor verwenden, ein Flussrauschen im SQUID, dessen spektrale Leistungsdichte eine $1/f$ -Abhängigkeit² aufweist. Außerdem tragen alle metallischen normalleitenden Bestandteile des Detektors mit dem sogenannten magnetischen Johnson-Rauschen zum Gesamtrauschen bei. Wird die im Sensor durch Absorption eines Teilchens bewirkte Magnetisierungsänderung mit einem SQUID-Magnetometer nachgewiesen, so ist im Rauschspektrum ein zusätzlicher weißer, also im relevanten Bereich frequenzunabhängiger, sowie ein Beitrag proportional zu $1/f$ zu beobachten.

3.2.1 Magnetisches Johnson-Rauschen

In Metallen führen die Leitungselektronen ungeordnete Bewegungen aus aufgrund der thermischen Energie, die sie tragen. Diese Bewegung induziert in der Umgebung des Elektrons ein zeitlich fluktuierendes Magnetfeld. Befindet sich das Elektron dabei

²D.h. $S_\Phi \propto 1/f$. Der Begriff $1/f$ -Rauschen wird zwar oft im Zusammenhang mit $\sqrt{S_\Phi}$ verwendet, bezieht sich aber immer auf die Größe S_Φ .

in der Nähe einer Detektionsschleife³, so bewirkt die Magnetfeldfluktuation ein Rauschen des magnetischen Flusses in der Schleife. Da mit SQUIDs sehr kleine Flussänderungen registriert werden können, liefert die thermische Bewegung der Leitungselektronen im Allgemeinen einen nicht vernachlässigbaren Beitrag zum Rauschen eines Detektors. Da dieser Effekt auf dem elektrischen Johnson-Rauschen⁴ basiert, wird er meist als magnetisches Johnson-Rauschen bezeichnet. Wie stark das durch ein Metallvolumen verursachte magnetische Johnson-Rauschen ist, hängt stark vom Abstand zur Detektionsspule sowie von deren Geometrie ab.

Im Falle der hier beschriebenen metallischen Kalorimeter tragen insbesondere der metallische Sensor sowie der Goldabsorber zum magnetischen Johnson-Rauschen bei. Weitere Rauschquellen stellen zum Beispiel der Messinghalter, auf dem der gesamte Detektor befestigt ist, oder metallische Abschirmungen um den Detektor dar.

Das magnetische Johnson-Rauschen lässt sich auf verschiedene Arten berechnen. In [Var84] und [Gil98] wird zum Beispiel die statistische Bewegung der Ladungen simuliert und mit Hilfe der Maxwell-Gleichungen die Flussänderung berechnet. [Har68] und [Ens00a] verwenden hingegen das Reziprozitätstheorem. Hier wird ausgenutzt, dass sich Ursache und Wirkung auf geschickte Weise umkehren lassen. Im konkreten Fall berechnet man das magnetische Johnson-Rauschen, indem man einen Wechselstrom $I(\omega)$ in die Detektionsspule gibt und somit Wirbelströme im Metall induziert. Mit der dissipierten Leistung P und dem Strom lässt sich die frequenzabhängige Impedanz $R(\omega)$ berechnen, welche das Spannungsrauschen

$$S_U = 4k_B T R(\omega) \quad (3.8)$$

bestimmt. In supraleitenden Schleifen sind der magnetische Fluss und die abfallende Spannung direkt über $U = -\dot{\Phi}$ und somit über

$$\tilde{U}(\omega) = \omega \tilde{\Phi}(\omega) \quad (3.9)$$

miteinander verknüpft, wodurch man für das magnetische Flussrauschen folgenden Ausdruck erhält:

$$\sqrt{S_{\Phi,J}} = \frac{1}{\omega} \sqrt{S_U} = \sqrt{4k_B T \frac{R(\omega)}{\omega^2}}. \quad (3.10)$$

Mit der hier dargestellten Methode kann zum Beispiel das magnetische Johnson-Rauschen eines metallischen Quaders mit Grundfläche A , Höhe h und elektrischer Leitfähigkeit σ , der sich in direktem Kontakt zu einem Mäander mit Streifenbreite w

³Die Bezeichnung Detektionsschleife schließe hier sowohl eine SQUID-Schleife als auch eine Leiterschleife, die transformatorgekoppelt mit einem SQUID ausgelesen wird, ein.

⁴auch Nyquist-Rauschen oder Johnson-Nyquist-Rauschen genannt

und Mitte-zu-Mitte-Abstand p befindet, simuliert werden⁵. Durch Finite-Elemente-Methoden⁶ wurde im Rahmen dieser Arbeit der Zusammenhang

$$S_{\Phi,J} = \frac{2,376}{4\pi} \mu_0^2 k_B T \sigma A p (1 - e^{-2\pi h/p}) \quad (3.11)$$

gefunden.

Es sei an dieser Stelle angemerkt, dass das magnetische Johnson-Rauschen nicht für alle Frequenzen diesen Wert besitzt. Bei hohen Frequenzen nimmt der Beitrag zum Johnson-Rauschen aufgrund des Skin-Effekts monoton ab. Wird die Skin-Tiefe

$$\xi = \sqrt{\frac{2}{\mu_0 \sigma \omega}} \quad (3.12)$$

größer als die Abmessung des metallischen Körpers, so tritt eine Selbstabschirmung im Metall auf, die verhindert, dass Fluktuationen höherer Frequenz von der Detektionsspule gesehen werden. Im Falle eines Au:Er-Sensors mit einer Erbium-Konzentration⁷ von 685 ppm würde sich der Skin-Effekt bei Frequenzen ab etwa 750 MHz bemerkbar machen. Für einen 200 μm hohen Goldabsorber mit Restwiderstandsverhältnis $RRR = 3$ tritt die Selbstabschirmung schon bei etwa 300 kHz auf.

3.2.2 1/f-Rauschen der Erbium-Ionen

In [Dan05] werden die Rauschspektren von drei identischen gradiometrischen magnetischen Kalorimetern verglichen, bei denen nur die Anzahl der Sensoren variiert wird. Bei dem Aufbau ohne Sensoren beobachtet man ein Spektrum, das typisch für SQUID-Aufbauten einen Anteil proportional zu $1/f$ sowie einen weißen Beitrag aufweist (siehe Kapitel 3.2.3). Nachdem auf eine der beiden Detektionsspulen ein Au:Er-Sensor aufgebracht wurde, konnten sowohl ein starker Anstieg im weißen Rauschen bedingt durch das magnetische Johnson-Rauschen als auch ein zusätzlicher $1/f$ -Beitrag gesehen werden. Dieses $1/f$ -Rauschen vergrößert sich um einen Faktor $\sqrt{2}$, wenn auch die zweite Detektionsspule mit einem identischen Au:Er-Sensor bestückt wird. Daher liegt die Vermutung nahe, dass dieser Rauschbeitrag von den Sensoren verursacht wird. Weiterhin wurde in [Fle03] beobachtet, dass der $1/f$ -Anstieg annähernd temperaturunabhängig ist und sich in etwa proportional zur Anzahl der Erbium-Ionen im Sensor verhält. Aus den dort angegebenen Werten und

⁵Besitzt der Mäander eine andere Grundfläche \tilde{A} als der Metallquader, sollte in Gleichung 3.11 die kleinere der beiden (also die tatsächliche Kontaktfläche) verwendet werden.

⁶FEMM 4.0

⁷Eine Erbium-Konzentration x erhöht den elektrischen Widerstand um $\rho \approx x \cdot 6,7 \cdot 10^{-6} \Omega\text{m}$ [Ara66].

Darstellungen kann man ableiten, dass sich dieser Rauschbeitrag mit

$$S_{\Phi, \text{Er}}(f) = \left(\frac{\mu_0 \langle G \rangle}{p} \right)^2 S_m(f) N_{\text{Er}} N_{\text{sens}} \quad (3.13)$$

beschreiben lassen sollte, wobei $S_m(f)$ das Rauschen eines Erbium-Ions, N_{Er} die Anzahl der Erbium-Ionen und N_{sens} die Zahl der Sensoren bezeichnen.

Der Ursprung der $1/f$ -Rauschens ist noch nicht vollständig geklärt. Eine mögliche Ursache könnten Spin-Spin-Fluktuationen, wie sie in Spingläsern auftreten, darstellen. Allerdings liegen die Temperaturen, bei denen in [Fle03] und [Dan05] die Rauschspektren aufgenommen wurden, um bis zu vier Größenordnungen oberhalb der Spinglastemperatur der verwendeten Au:Er-Legierung (300 ppm), sodass dieser Effekt unterdrückt sein sollte. Außerdem sollte die Größe des Rauschens eine starke Abhängigkeit von der Temperatur aufweisen. Einen weiteren Interpretationsansatz liefert [Kem07]. So könnten auch Wechselwirkungen der Erbium-Spins mit den Quadrupolmomenten der Goldkerne dieses Rauschen verursachen. Untersuchungen an Sensormaterialien ohne Kernquadrupolmomente wie zum Beispiel Ag:Er könnten zur Klärung dieser Frage beitragen.

3.2.3 Rauschen des SQUIDs

Ein dc-SQUID-Magnetometer, wie in Kapitel 5.2 beschrieben, besitzt parallel zu den beiden Josephson-Kontakten sogenannte Shunt-Widerstände R , die zur Reduktion des hysteretischen Verhaltens des SQUIDs beitragen. Wie jeder Widerstand verursachen diese allerdings ein thermisches Stromrauschen. Dieses wird vom SQUID über dessen Eigeninduktivität L_S in ein Flussrauschen übersetzt, das sich als zusätzlicher weißer Beitrag im Gesamtrauschen bemerkbar macht. In [Tes77] wird dieser Effekt mit Hilfe von Computersimulationen quantitativ berechnet. Hierbei wurden auch die zeitliche Entwicklung der Phasendifferenz an den Josephson-Kontakten und deren parasitären Kapazitäten berücksichtigt. Man erhält somit für das weiße Flussrauschen von optimierten SQUIDs

$$\sqrt{S_{\Phi, \text{SQ}, \text{w}}} = \frac{\partial \Phi}{\partial U} \sqrt{S_{U, \text{SQ}}} \approx L_S \sqrt{16k_B T / R}, \quad (3.14)$$

wobei $\partial \Phi / \partial U$ die Steigung der Spannungs-Fluss-Kennlinie am Arbeitspunkt angibt⁸.

Zusätzlich zu diesem weißen Rauschen besitzen SQUIDs ein Rauschen proportional zu $1/f$ [Cla04]. Dieses hat im Wesentlichen zwei Ursachen, die sich beide auf die Anwesenheit von Defekten im SQUID-Material zurückführen lassen. Zum einen können Elektronen an Defekten in den Josephson-Kontakten gefangen und wieder

⁸Eine Beschreibung der Funktionsweise der SQUIDs findet sich in Kapitel 5.2

freigelassen werden, was zu Variationen des kritischen Stroms des SQUIDs führt. Zum anderen verursachen thermisch angeregte Sprünge von an Defekten gefangenen Flussschläuchen im SQUID-Material oder in den supraleitenden Leitungen ein $1/f$ -Flussrauschen.

Typische Werte für das Flussrauschen von dc-SQUIDs mit Induktivitäten von etwa $L_S \approx 100$ pH sind derzeit $\sqrt{S_{\Phi, \text{SQ}, w}} \approx 0,5 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$ für den weißen Anteil beziehungsweise $\sqrt{S_{\Phi, \text{SQ}, 1/f}}|_{1 \text{ Hz}} \approx 3 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$ für das $1/f$ -Rauschen.

3.3 Energieauflösung eines magnetischen Kalorimeters

Addiert man die in den vorherigen Kapiteln vorgestellten Rauschbeiträge zum Gesamtrauschen im SQUID

$$S_{\Phi, \text{ges}}(f) = F^2 \left(\frac{1}{\beta} \frac{d\Phi}{dE} S_{E_Z}(f) + S_{\Phi, \text{Er}}(f) + S_{\Phi, \text{J}, \text{sens}} + S_{\Phi, \text{J}, \text{abs}} \right) + S_{\Phi, \text{SQ}, w} + S_{\Phi, \text{SQ}, 1/f}(f), \quad (3.15)$$

so erhält man das in Abbildung 3.3 dargestellte Frequenzspektrum. Bei

$$F = \frac{\delta\Phi_S}{\delta\Phi} = \frac{k\sqrt{L_i L_s}}{L_m + 2(L_i + L_w)} \quad (3.16)$$

handelt es sich um den in Gleichung 2.31 auftretenden Faktor, der die Flusskopplung zwischen Mäander und SQUID beschreibt. Dieser wird an dieser Stelle benötigt, da sich $S_{\Phi, \text{SQ}, w}$ und $S_{\Phi, \text{SQ}, 1/f}$ auf das Flussrauschen des SQUIDs beziehen, wohingegen die anderen Beiträge das Rauschen im Mäander beschreiben. Das Gesamtrauschen kann über folgenden Zusammenhang in das scheinbare Rauschen der Energie im Zeeman-System der Erbium-Spins transformiert werden:

$$S_{E_Z, \text{ges}}(f) = \frac{\beta}{F^2} \frac{dE}{d\Phi} S_{\Phi, \text{ges}}(f). \quad (3.17)$$

Damit und mit der in Gleichung 3.6 angegebenen Fouriertransformierten der Punktantwort des Detektors $\tilde{p}(f)$ lässt sich nun das Signal-zu-Rauschen-Verhältnis

$$SNR(f) = \frac{\tilde{p}(f)}{\sqrt{S_{E_Z, \text{ges}}(f)}} \quad (3.18)$$

berechnen, dessen Frequenzabhängigkeit ebenfalls in Abbildung 3.3 zu sehen ist. Die Energieauflösung des Detektors ΔE_{FWHM} ist nun gegeben über

$$\Delta E_{\text{FWHM}} = \frac{2\sqrt{2 \ln(2)}}{\sqrt{\int_0^\infty (SNR(f))^2 df}}. \quad (3.19)$$

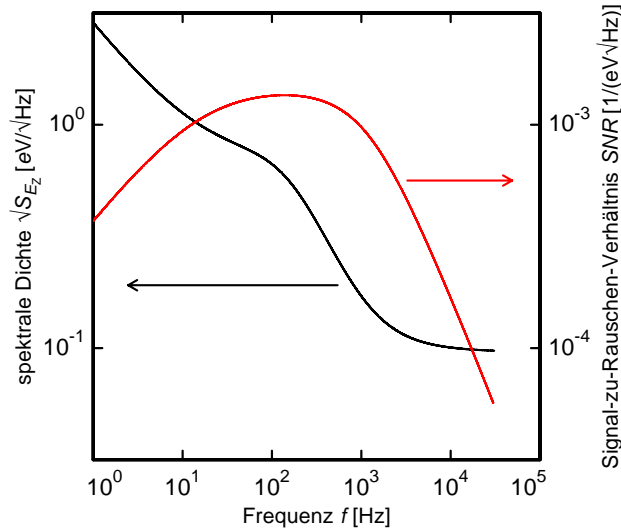


Abb. 3.3: Frequenzspektrum des Gesamttrauschens im Zeeman-System $\sqrt{S_{E_{Z,\text{ges}}}}$ und des Signal-zu-Rauschen-Verhältnisses SNR .

3.4 Optimierung der Energieauflösung

Je nach Einsatz eines magnetischen Kalorimeters werden unterschiedliche Anforderungen an das Absorbermaterial und vor allem an die Dicke des Absorbers gestellt. Der im Rahmen dieser Arbeit entwickelte Detektor ist für den Nachweis von Röntgenquanten mit Energien im Bereich bis 100 keV ausgelegt, wodurch sich die Verwendung eines Absorbermaterials mit möglichst hoher Kernladungszahl anbietet, da dies die Absorptionswahrscheinlichkeit erhöht. In Abbildung 3.4 ist die Absorptionswahrscheinlichkeit von Photonen in Gold für verschiedene Schichtdicken als Funktion der Photonenenergie dargestellt. Man erkennt, dass man für eine von 85 % Absorptionswahrscheinlichkeit bei 100 keV einen Goldabsorber mit etwa 200 μm Dicke benötigt. Des weiteren stellt die Fläche des Absorbers einen festen Parameter bei der Entwicklung eines magnetischen Kalorimeters für eine konkrete Anwendung dar. Für den in dieser Arbeit entwickelten Detektor ist man an Detektionsflächen von 2 mm Länge und 0,5 mm Breite pro Pixel interessiert.

Zu einem gegebenen Absorbervolumen V_{abs} und Absorbermaterial soll im folgenden die optimale Sensor- und Mäandergeometrie bestimmt werden, so dass der Detektor bei gegebener Arbeitstemperatur und bei gegebenem Sensormaterial die bestmögliche Energieauflösung ΔE_{FWHM} besitzt. Betrachtet man die einzelnen Rauschbeiträge sowie die Fouriertransformierte der Punktantwort des Detektors, so findet man, dass die Geometrie und die Materialeigenschaften der verschiedenen Detektorbestandteile vielfältig in die Berechnung der Energieauflösung eingehen. Ein Großteil dieser Parameter, wie zum Beispiel die elektrische Leitfähigkeit des Sensors und des Absorbers oder die Induktivitäten L_i und M_{is} und die Rauschbeiträge des SQUIDs sind dabei durch die verwendeten Materialien und Bauteile fest vorgegeben. Bei fest

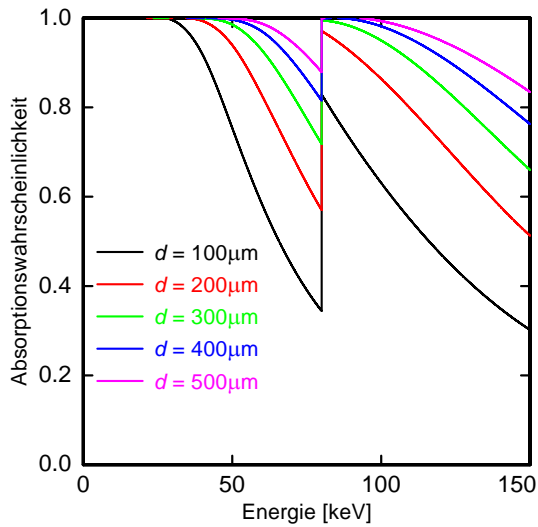


Abb. 3.4: Absorptionswahrscheinlichkeit von Röntgenquanten in einem Goldabsorber als Funktion der Röntgenenergie für verschiedene Absorberdicken d (nach [Hub04]).

vorgegebenem Absorbervolumen und SQUID-Eigenschaften ist die Energieauflösung abhängig von den folgenden variierbaren Größen:

$$dE_{\text{FWHM}} = dE_{\text{FWHM}}(T, h_{\text{sens}}, A_{\text{sens}}, x, p, w/p, I) \quad (3.20)$$

Es handelt sich dabei um die Temperatur T , das Absorbervolumen V_{abs} , die Höhe h_{sens} und Grundfläche A_{sens} des Sensors sowie die darin enthaltene Erbium-Konzentration x . Des weiteren sind p der Mitte-zu-Mitte-Abstand benachbarter Mäanderstreifen, w/p das Verhältnis zwischen Streifenbreite und Mitte-zu-Mitte-Abstand und I der im Mäander fließende magnetfelderzeugende Dauerstrom. Für eine bestimmte Temperatur T lassen sich nun die Sensorgeometrie, die Erbium-Konzentration und die Stromstärke in einer numerischen Simulation variieren, um die Energieauflösung des Detektors zu minimieren. Es stellt sich heraus, dass die Abhängigkeit der optimalen Energieauflösung von p nur sehr schwach ist, da der Effekt einer Änderung von p zum Großteil durch Änderungen des optimalen Feldstroms I_{opt} und der optimalen Sensorhöhe h_{opt} und Sensorfläche A_{opt} kompensiert werden kann. Für das optimale Verhältnis zwischen Streifenbreite und Mitte-zu-Mitte-Abstand $(w/p)_{\text{opt}}$ findet man Werte zwischen 0,4 und 0,5. Für diese beiden Parameter wurden daher in der hier diskutierten Optimierung die Werte $p = 10 \mu\text{m}$ und $w/p = 0,5$ verwendet, da Niobstreifen dieser Breite reproduzierbar und mit hoher Ausbeute im Reinraum des Instituts mikrostrukturierbar sind.

Tabelle 3.1 zeigt für verschiedene Temperaturen die optimalen Parameter, die entsprechenden Wärmekapazitäten der Absorber und Sensoren sowie die resultierende Energieauflösung ΔE_{FWHM} und Signalgröße $d\Phi/dE$ für ein magnetisches Kalorimeter mit zwei $2 \text{ mm} \times 0,5 \text{ mm} \times 200 \mu\text{m}$ großen Goldabsorbern, der über ein SQUID mit Induktivitäten $L_i = 23,2 \text{ nH}$, $M_{\text{is}} = 0,941 \text{ nH}$ und Rauschen $\sqrt{S_{\Phi, \text{SQ}, w}} = 0,5 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$

T [mK]	$2C_{\text{abs}}$ [pJ/K]	h_{sens} [μm]	A_{sens} [mm^2]	x [ppm]	I [mA]	$2C_{\text{sens}}$ [pJ/K]	$d\Phi/dE$ [$\text{m}\Phi_0/\text{keV}$]	dE_{FWHM} [eV]
30	859	3,08	1,08	612	91	688	2,71	50
40	1145	3,26	1,15	697	123	860	1,95	74
50	1431	3,49	1,24	762	154	1052	1,51	99

Tab. 3.1: Ergebnis der Optimierungsrechnung.

und $\sqrt{S_{\Phi,\text{SQ},1/f}}|_{1\text{ Hz}} = 3 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$ ausgelesen wird⁹. Des weiteren wurde angenommen, dass die thermischen Kopplungen zwischen Absorber, Sensor und Wärmebad zu einer Signalanstiegszeit von $\tau_0 = 1 \mu\text{s}$ und einer Signalabklingzeit von $\tau_1 = 1 \text{ ms}$ führen.

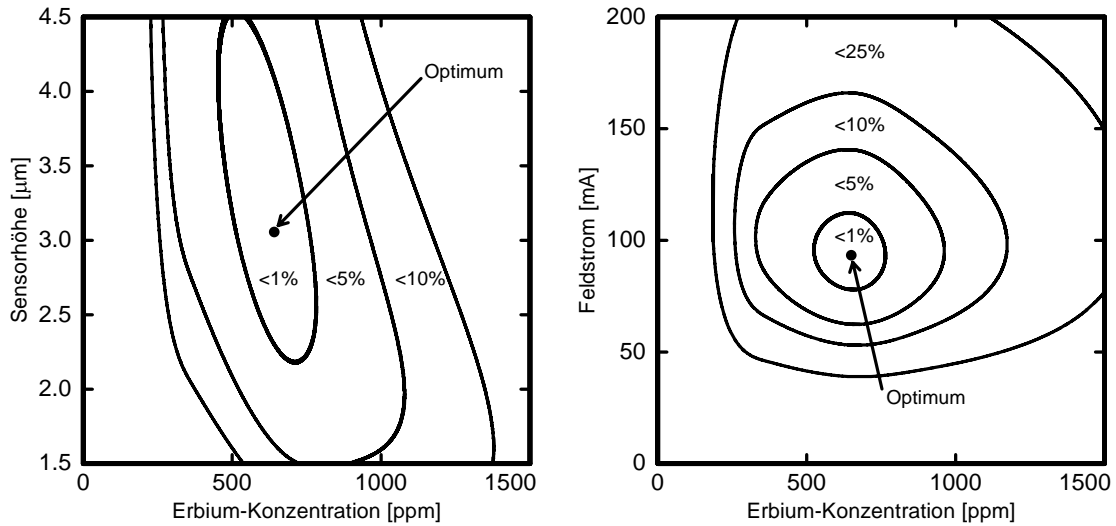


Abb. 3.5: Abweichung von der optimalen Energieauflösung. **Links:** als Funktion von Sensorhöhe und Erbium-Konzentration. Die optimale Energieauflösung beträgt 50,2 eV und liegt bei $x = 641 \text{ ppm}$ und $h = 3,06 \mu\text{m}$. **Rechts:** als Funktion von Feldstrom und Erbium-Konzentration. Die optimale Energieauflösung beträgt 50,2 eV und liegt bei $x = 650 \text{ ppm}$ und $I = 93,3 \text{ mA}$.

In Abbildung 3.5 ist gezeigt, wie stark die Energieauflösung vom Optimum abweicht, wenn sich die idealen Parameter verändern. Links ist die Variation der Energieauflösung als Funktion von Sensorhöhe und Erbium-Konzentration und im rechten Diagramm als Funktion von Feldstrom und Erbium-Konzentration dargestellt. In beiden Fällen wurde eine Temperatur von 30 mK und eine Sensorfläche von 1 mm^2 angenommen. Der Feldstrom im linken Diagramm beträgt 100 mA, rechts wurde die

⁹Dies entspricht etwa den Paramtern des in Kapitel 5.2.4 beschriebenen SQUID-Aufbaus

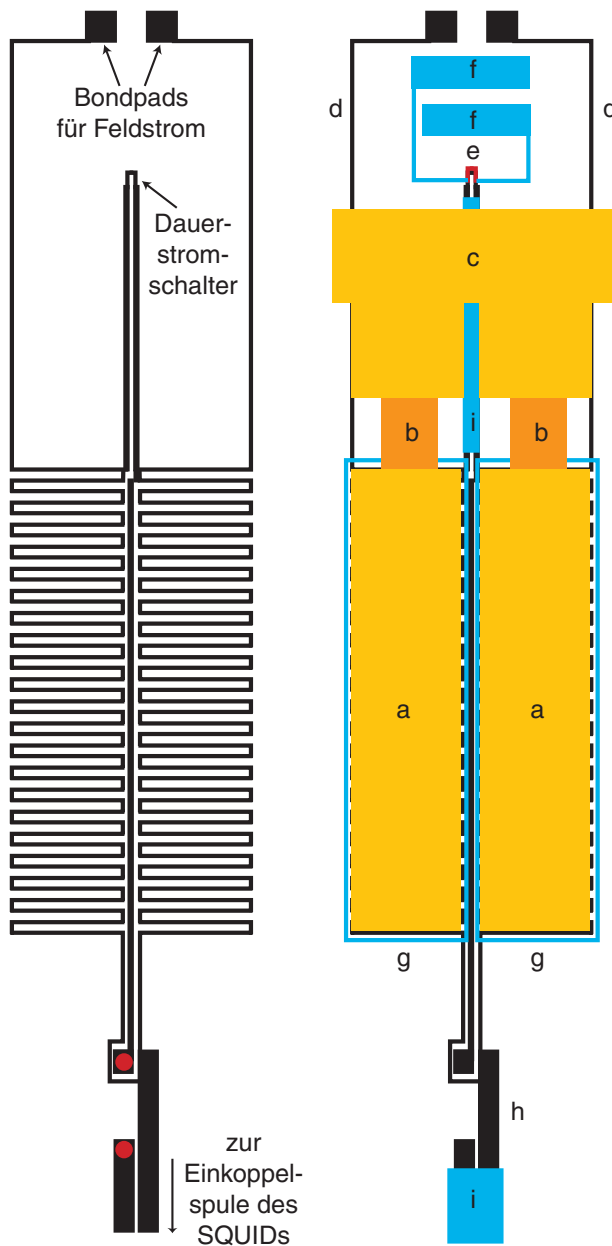


Abb. 3.7: Detailansicht eines der vier magnetischen Kalorimeter.

Links: Geometrie der mäandrierenden Detektionsspule. Zur besseren Sichtbarkeit wurde in diesem Bild die Anzahl der Mäanderstreifen reduziert. Die beiden rot markierten Punkte werden mit einem Bonddraht verbunden.

Rechts: Schematische Darstellung des kompletten Detektors. **a)** Absorber und Sensor, **b)** Au:Er-Steg zur Thermalisierung, **c)** on-chip Wärmebad, **d)** Feldleitungen, **e)** Heizerwiderstand, **f)** Bondpads zur Kontaktierung des Heizers, **g)** supraleitende Box, **h)** Leitungen zur Einkoppelspule des SQUIDs, **i)** supraleitende Abdeckung der Leitungen.

$3\ \mu\text{m}$ Höhe. Bei Betrachtung von Tabelle 3.1 erkennt man, dass bei einer Arbeitstemperatur von $30\ \text{mK}$ dies nur wenig von der optimalen Sensorgeometrie abweicht. Zum Auslesen der Magnetisierungsänderung der einzelnen Sensoren befinden sich darunter mäandrierende Detektionsschleifen mit Streifenbreite $5\ \mu\text{m}$ und Mitte-zu-Mitte-Abstand $10\ \mu\text{m}$, die ebenfalls eine Fläche von $2\ \text{mm} \times 0,5\ \text{mm}$ abdecken und von denen jeweils zwei benachbarte Schleifen zu einem Gradiometer verschaltet sind. Somit befinden sich auf einem Chip vier unabhängige magnetische Kalorimeter mit jeweils zwei Pixeln.

Um die Thermalisierung der Sensoren nach Absorption eines Röntgenquants zu beschleunigen, sind die Sensoren über einen $250\ \mu\text{m}$ breiten Au:Er-Steg mit einem Goldbalken verbunden, der als chipinternes Wärmebad fungiert. Der Balken besitzt die gleiche Höhe wie die Goldabsorber, da diese gleichzeitig hergestellt werden (siehe Kapitel 4.3), und deckt eine Fläche von etwa $11\ \text{mm}^2$ ab.

Wie in Kapitel 2.3 erwähnt, erlauben magnetische Kalorimeter mit mäanderförmiger Detektionsspule, das zur Ausrichtung der Spins im Sensor benötigte Magnetfeld durch einen Dauerstrom im supraleitenden Mäander zu erzeugen. Um den Dauerstrom zu präparieren, benötigt man Leitungen, über die man den Mäander mit einer Stromquelle verbinden kann, sowie einen Schalter, der die geschlossene supraleitende Schleife unterbrechen kann. Als Schalter wird ein Heizwiderstand aus einer Gold-Palladium-Legierung verwendet, der sich elektrisch isoliert über einem ausgezogenen Mäanderstreifen befindet. Durch einen Strom in dem Widerstand wird der Mäanderstreifen lokal auf über $9\ \text{K}$ geheizt, so dass an dieser Stelle die Supraleitung zusammenbricht. Die Präparation des Dauerstroms wird in Kapitel 5.4 erläutert.

Des Weiteren ist jeder Mäander von einer supraleitenden Box umgeben. Diese dient der Abschirmung äußerer Magnetfelder. Außerdem werden Strukturen wie der zum Heizer führende Mäanderstreifen oder die Leitungen, die zur Einkoppelspule des SQUIDs führen, mit einem supraleitenden Streifen abgedeckt. Dies führt aufgrund des Meißner-Ochsenfeld-Effekts zu einer Reduktion des Magnetfelds zwischen den Leitungen und damit zu einer Reduktion der parasitären Induktivitäten.

Obwohl die effektive Detektionsfläche eines hier beschriebenen Chips eine Breite von etwa $4\ \text{mm}$ besitzt, ist der Chip wesentlich breiter. Momentan muss jedes der vier Kalorimeter mit einem eigenen SQUID ausgelesen werden, wobei die verwendeten SQUID-Chips eine Größe von $3\ \text{mm} \times 3\ \text{mm}$ besitzen. Daher ist es nötig, die Bondbads zur Kontaktierung zwischen SQUIDs und Detektor über eine Breite von $12\ \text{mm}$ zu verteilen.

4. Herstellung der Detektoren

4.1 Mikrostrukturierung

Die typischen Abmessungen eines magnetischen Kalorimeters betragen nur wenige hundert Mikrometer bis einige Millimeter. Die mäanderförmige Detektionsspule des in dieser Arbeit verwendeten Detektors besitzt eine Grundfläche von 1 mm^2 , eine Streifenbreite von $w = 5\ \mu\text{m}$ und einen Mitte-zu-Mitte-Abstand der Mäanderstreifen von $p = 10\ \mu\text{m}$. Strukturen in dieser Größenordnung lassen sich reproduzierbar nur über Prozesse der Mikrostrukturierung herstellen. Hierbei werden die Detektionsspule, der Sensor und der Absorber in mehreren Lagen auf ein Substrat aufgebracht und mit Hilfe von sogenannten Photolacken strukturiert. In diesem Kapitel sollen die Funktionsweise solcher Lacke und die verschiedenen Mikrostrukturierungsprozesse erläutert werden.

4.1.1 Photolacke

Bei den sogenannten Photolacken handelt es sich um Materialien, deren Löslichkeit durch die Einstrahlung von UV-Strahlung verändert wird. Man unterscheidet im Allgemeinen zwischen Positiv- und Negativlacken. Positivlacke besitzen die Eigenschaft, dass sich deren Löslichkeit nach UV-Einstrahlung erhöht, wohingegen Negativlacke durch die Einwirkung von UV polymerisieren und somit schwerer löslich werden. Diese Eigenschaft von Photolacken lässt sich ausnutzen, um Strukturen auf einer Längenskala von wenigen Mikrometern zu erstellen.

Lackprozessierung

Um Photolacke zur Herstellung von Mikrostrukturen zu verwenden, müssen diese zunächst homogen auf ein Substrat, in diesem Fall auf einen Siliziumwafer, aufgebracht werden. Dies geschieht durch einen Spincoating-Prozess. Hierbei wird der flüssige Lack in die Mitte des Substrats aufgebracht. Danach wird das Substrat mit einer Kreisfrequenz ω rotiert, um den Lack gleichmäßig auf der Substratoberfläche zu verteilen, wobei sich die resultierende Dicke der Lackschicht etwa proportional zu ω^a mit $a \approx -0,5$ verhält.

Zur Verfestigung des noch flüssigen Lacks wird beim sogenannten Softbake das Lösungsmittel durch Erwärmen des Substrats verdampft.

	AZ [®] 5214 E	AZ [®] nLOF TM 2070
Spincoat	500 rpm für 7 s, 3000 rpm für 30 s	500 rpm für 5 s, 2000 rpm für 10 s
Softbake	100 °C für 1 min	100 °C für 13 min
Belichtungsintensität	125 mJ/cm ²	820 mJ/cm ²
Post-Exposure-Bake	–	115 °C für 2min
Entwickeln	in AZ [®] 351 B (1:4) für 30 s	in AZ [®] 826 MIF für 6 min
Hardbake	–	–
Lackdicke	1,6 μm	8 μm

Tab. 4.1: Prozessparameter für den Positivlack AZ[®] 5214 E und den Negativlack AZ[®] nLOFTM 2070.

Die Strukturierung des Photolacks wird durch das Belichten mit UV-Strahlung erreicht. Hierzu wird eine Quecksilberdampfampe verwendet. Der Lack wird vor dem Belichten mit einer teilweise UV-undurchlässigen Maske, hier eine teilweise mit Chrom beschichtete Glasplatte, abgedeckt. Somit werden bestimmte Bereiche des Photolacks der UV-Strahlung ausgesetzt, andere Regionen bleiben unbelichtet. Wie oben bereits erwähnt werden Positivlacke an den belichteten Stellen löslich, Negativlacke polymerisieren an diesen Stellen jedoch. Um diese Polymerisation zu erhöhen wird bei Negativlacken nach dem Belichten der sogenannte Post-Exposure-Bake durchgeführt. Hierbei wird das Substrat erwärmt und somit die chemische Reaktion beim Polymerisieren beschleunigt.

Die beim Positivlack belichteten bzw. beim Negativlack unbelichteten Lackbereiche lassen sich nun mit Hilfe geeigneter Lösungsmittel, den sogenannten Entwicklerflüssigkeiten, vom Substrat entfernen. Man erhält somit eine strukturierte Lackschicht.

Bei einigen Photolacken und Anwendungen ist es sinnvoll nach dem Entwickeln noch einen Hardbake durchzuführen. Dabei wird durch Erwärmung des Substrats die chemische Beständigkeit des strukturierten Photolacks verbessert.

Zur Entfernung des strukturierten Photolacks nach den weiteren Mikrostrukturierungsprozessen stehen für die meisten Lacke mehrere Möglichkeiten zur Verfügung. Auch vollständig polymerisierte Lacke lassen sich durch geeignete Lösungsmittel wie zum Beispiel DMF¹ oder NMP² entfernen. Auch Plasmaätzprozesse können zur Restlackentfernung verwendet werden.

In Tabelle 4.2 sind typische Prozessparameter, wie sie im Rahmen dieser Arbeit bei

¹Abkürzung für **Dimethylformamid**, C₃H₇NO

²Abkürzung für **N-Methyl-2-pyrrolidon**, C₅H₉NO

der Herstellung der Detektoren verwendet wurden, für den Positivlack AZ[®] 5214 E und den Negativlack AZ[®] nLOFTM 2070³ dargestellt.

4.1.2 Beschichtungsverfahren

Um auf ein Substrat eine dünne Schicht eines bestimmten Materials aufzubringen, stehen mehrere Möglichkeiten zur Verfügung. Zwei eng miteinander verwandte Methoden sind der Prozess des thermischen Verdampfens, oft auch Bedampfen genannt, sowie die Kathodenzerstäubung, die meist auch als Sputtern oder Sputterdeposition bezeichnet wird⁴. Mit diesen beiden Techniken lassen sich im Allgemeinen Schichtdicken von wenigen Nanometern bis hin zu einigen Mikrometern erreichen. Bei einem weiteren Prozess, der im Rahmen dieser Arbeit Anwendung findet, handelt es sich um die Galvanotechnik. Auf diesen Prozess wird in Kapitel 4.3.1 näher eingegangen.

Thermisches Verdampfen

Bei dem thermischen Verdampfen handelt es sich um den wahrscheinlich einfachsten Prozess in der Herstellung dünner Strukturen. Hierbei wird ein Festkörper des gewünschten Materials bis knapp unter dessen Siedepunkt erhitzt. Dabei gehen einzelne Atome, Moleküle, aber auch Atomcluster in die Gasphase über und kondensieren anschließend wieder an kälteren Oberflächen und somit auch auf dem Substrat. Um möglichst reine Schichten herstellen zu können, findet der gesamte Prozess meist im Hochvakuum statt. Dies verhindert, dass sich Fremdatome auf der Substratoberfläche abscheiden und dass verdampfte Metalle auf dem Weg zum Substrat oxidieren.

Bei der Herstellung der Detektoren wurde diese Methode jedoch nicht verwendet, da diese nur verhältnismäßig kleine Schichtwachstumsraten erlaubt und da hierbei sehr viel Ausgangsmaterial verbraucht wird. Außerdem ist der Prozess des thermischen Verdampfens für die hier meist recht dicken Schichten unbrauchbar.

Kathodenzerstäubung

Wie das thermische Verdampfen gehört die im Rahmen dieser Arbeit eingesetzte Kathodenzerstäubung zu den physikalischen Gasphasenabscheidungsprozessen. Das bedeutet, dass auch hier Atome, Moleküle und Atomcluster aus einem Festkörper, dem sogenannten Target, herausgelöst werden und aus der Gasphase wieder auf dem Substrat kondensieren. Das Target befindet sich hierbei auf negativem Potential während im Raum zwischen Target und Substrat ein Plasma gezündet wird. Die positiv

³beide entwickelt von Clariant AG, Vertrieb über MicroChemicals GmbH, Ulm

⁴vom englischen *to sputter* = zerstäuben

geladenen Ionenrumpfe im Plasma werden in Richtung des Targets beschleunigt und lösen bei der Kollision mit den Targetatomen diese aus dem Festkörper heraus. Um eine Reaktion der Plasmaionen mit den Targetatomen zu vermeiden, wird hier das Edelgas Argon als Prozessgas verwendet.

Die Sputterdeposition erlaubt die Herstellung dünner Metall- und auch Nichtleiterschichten. Außerdem besitzt sie gegenüber dem thermischen Verdampfen den großen Vorteil, dass so auch dünne Schichten aus Legierungen, deren Komponenten stark unterschiedliche Siedetemperaturen besitzen, hergestellt werden können, dass größere Depositionsraten erreicht werden können und der Prozess weniger materialintensiv ist.

Im Rahmen dieser Arbeit wurde eine kleine selbstentwickelte Sputteranlage⁵ mit einem Basisdruck von etwa $2 \cdot 10^{-8}$ mbar zur Herstellung der Au:Er-Schichten und eine kommerziell erhältliche Sputteranlage⁶ mit einem Basisdruck von weniger als $5 \cdot 10^{-9}$ mbar zur Herstellung der übrigen Schichten verwendet.

4.1.3 Ätz- und Liftoff-Prozess

Die in Kapitel 4.1.1 beschriebenen Eigenschaften von Photolacken und die Beschichtungsverfahren aus Kapitel 4.1.2 lassen sich nun zur Strukturierung dünner Schichten kombinieren. Man unterscheidet hierbei Ätz- und Liftoff-Prozesse.

Der Ätzprozess

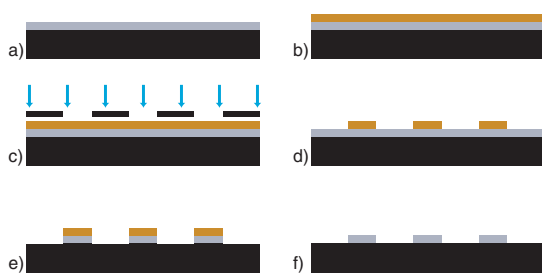


Abb. 4.1: Schematische Darstellung des Ätzprozesses. **a)** Aufbringen des zu strukturierenden Materials auf das Substrat, **b)** Aufbringen eines Photolacks (in diesem Fall Positivlack), **c)** Belichten des Photolacks mit UV, **d)** Entfernen des belichteten Lacks, **e)** Ätzen der Materialschicht, **f)** Entfernen des Restlacks.

Zunächst wird zum Beispiel mittels Kathodenzerstäubung das Substrat mit dem zu strukturierenden Material beschichtet. Anschließend wird der Photolack aufgebracht und, wie in Kapitel 4.1.1 beschrieben, prozessiert. Nun kann mit Hilfe einer

⁵basierend auf einer dc-magnetron-Sputterkanone von Kurt J. Lesker Company, Clairton, PA, USA

⁶DC Instruments Oy, Turku, Finnland

geeigneten Ätzlösung die nicht vom Photolack geschützte Materialschicht entfernt werden. Im Anschluss wird der restliche Photolack vom Substrat entfernt.

In Abbildung 4.1 ist der Ätzprozess für die Verwendung eines Positivlacks schematisch dargestellt.

Der Liftoff-Prozess

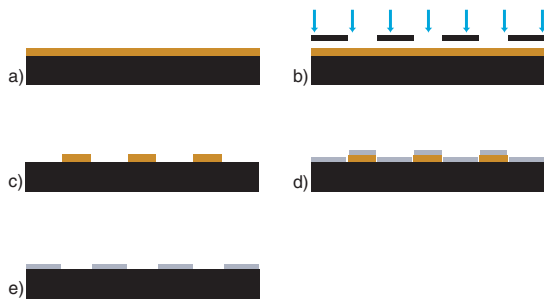


Abb. 4.2: Schematische Darstellung des Liftoff-Prozesses. **a)** Aufbringen eines Photolacks (in diesem Fall Positivlack) auf das Substrat, **b)** Belichten des Photolacks mit UV, **c)** Entfernen des belichteten Lacks, **d)** Aufbringen der zu strukturierenden Schicht, **e)** Liftoff.

Zu Beginn wird auf das Substrat der Photolack aufgetragen und wie beschrieben strukturiert. Danach wird das Material sowohl auf den Photolack als auch auf das freiliegende Substrat aufgebracht. Entfernt man nun den Photolack mit einem geeigneten Lösungsmittel, so bleibt nur die Materialschicht auf dem Substrat zurück.

Bei diesem Prozess ist zu beachten, dass der Photolack dicker als die zu strukturierende Schicht ist. Sonst kann eine zusammenhängende Oberfläche des abgeschiedenen Materials entstehen, wodurch verhindert wird, dass der Lack gelöst werden kann. Außerdem spielt hierbei das Profil des strukturierten Photolacks eine Rolle. Beim Belichten eines Photolacks werden die oberen Schichten immer stärker belichtet als die unteren. Dies führt dazu, dass Positivlacke immer einen böschungartigen Kantenverlauf wie in Abbildung 4.3b) besitzen, wohingegen Negativlacke, wie in Abbildung 4.3c) zu sehen, einen Unterschnitt aufweisen. Lacke mit Unterschnitt eignen sich im Allgemeinen besser für Liftoff-Prozesse, da durch das negative Kantenprofil keine zusammenhängende Schicht entsteht. Positivlacke mit wesentlich höherer Dicke als die zu strukturierende Schicht können allerdings auch verwendet werden.

4.2 Herstellung der Detektoren

Wie bereits erwähnt setzt sich ein mikrostrukturiertes Bauteil aus mehreren Schichten zusammen. Für die Herstellung des in dieser Arbeit realisierten magnetischen Kalorimeters ist ein Sechs-Lagen-Prozess notwendig. Der Detektor wird auf einen Siliziumwafer mit einem Durchmesser von zwei Zoll und einer Dicke von $330\ \mu\text{m}$ auf-

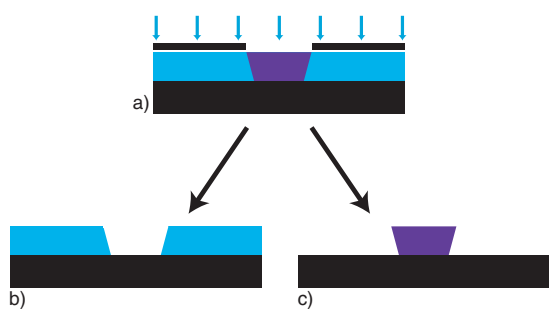


Abb. 4.3: Entstehung des Kantenprofils von Photolacken. **a)** Belichten eines Lacks, hellblau: unbelichteter Lack, violett: belichteter Lack. **b)** Kantenprofil im Falle von Positivlack. **c)** Kantenprofil im Falle von Negativlack.

gebracht. Auf der Oberfläche des Wafers befindet sich eine 200 nm dicke thermische Oxidschicht, um elektrische Leitung zum Substrat zu unterbinden.

Die erste Lage besteht aus Niob und beinhaltet die mäanderförmige Detektionsspule sowie die Zuleitungen zum SQUID-Magnetometer. Diese 400 nm dicke Niob-Schicht wird durch Kathodenzerstäubung aufgebracht und über einen Ätzprozess strukturiert. Hier wird der Photolack AZ[®] 5214 E verwendet. Die Niob-Schicht wird mit einer Lösung aus Flußsäure (HF), Salpetersäure (HNO₃) und Wasser (Verhältnis 1 : 6 : 10) geätzt.

Die zweite Lage dient dem elektrischen und mechanischen Schutz der Niobstrukturen. Hierzu werden alle Bondpads mit AZ[®] 5214 E geschützt. Anschließend werden der gesamte Wafer sowie eine Platinelektrode in eine Lösung aus Ethylen-Glycol (C₂H₆O₂), Wasser und Ammonium-Pentaborat ((NH₄)B₅O₈) im Verhältnis 25 : 19 : 4 gegeben und eine Spannung von 25 V zwischen Niobstrukturen und Elektrode angelegt, wobei das Niob als Anode fungiert. Dadurch bildet sich auf dem Niob eine etwa 30 nm dicke Oxidschicht, die als elektrischer Isolator zwischen dem Niob und den später folgenden Lagen dient. Bevor der strukturierte Photolack entfernt wird, wird als zusätzlicher mechanischer Schutz der Wafer durch Kathodenzerstäubung mit einer etwa 250 nm dicken SiO₂-Schicht bedeckt. Anschließend wird der Lift-off durchgeführt.

Um in die mäanderförmige Detektionsspule einen Dauerstrom einfrieren zu können, muss diese an einer Stelle zwischen supraleitendem und normalleitendem Zustand schaltbar sein (siehe Kapitel 3.5). Dies erreicht man durch Einsatz eines Heizers, der das Niob lokal normalleitend treiben kann. Die Strukturierung dieses Heizers findet in der dritten Lage des Herstellungsprozesses statt. Als Material wurde in anderen Arbeiten häufig Gold mit einem möglichst hohen Restwiderstand verwendet, um bei kleinen elektrischen Strömen eine möglichst große Heizleistung zu erreichen [Kem07] [Lau08]. Für den in dieser Arbeit hergestellten Detektor wurde eine Legierung aus Gold und Paladium als Heizmaterial verwendet, da diese einen höheren spezifischen Widerstand bei tiefen Temperaturen besitzt als reines Gold. Mittels Kathodenzerstäubung und eines Lift-off-Prozesses mit AZ[®] 5214 E werden

die Heizer bestehend aus einer 5 nm hohen Kupferschicht und einer 100 nm dicken Au:Pd-Schicht strukturiert. Die dünne Kupferschicht dient hierbei als Haftvermittler zwischen der SiO₂-Oberfläche und der Au:Pd-Schicht.

Die elektrische Kontaktierung des Heizers erfolgt in der vierten Lage mittels einer 400 nm dicken Niob-Struktur. Die Heizerleitungen überlappen hierbei mit den Enden des Heizers. Außerdem werden in dieser Lage die Zuleitungen zum SQUID-Magnetometer aus der ersten Lage sowie der ausgezogene Mäanderstreifen, der zum Heizer führt, mit Niob abgedeckt. Dies dient der Reduktion von unerwünschten Streuinduktivitäten dieser elektrischen Leitungen. Desweiteren wird jeder Mäander von einer geschlossenen Niobbahn umgeben, wodurch innerhalb dieser Bahn beim Einsatz des Detektors magnetische Flusserrhaltung gilt. Hierdurch kann der störende Einfluss von variierenden äußeren Magnetfeldern und des magnetischen Johnson-Rauschens reduziert werden. Die Strukturierung dieser Lage findet wieder über Kathodenzerstäubung und einen Lift-off-Prozess unter Verwendung von AZ[®] 5214 E statt.

In der fünften Lage werden die paramagnetischen Au:Er-Sensoren sowie die Grundfläche für das chipinterne Wärmebad auf den Wafer aufgebracht. Da diese eine Höhe von 3 μm besitzen, wurde bei diesem Prozess der dickere Photolack AZ[®] nLOF[™] 2070 verwendet. Über Sputterdeposition und einen Lift-off-Prozess werden somit 50 nm Kupfer als Haftvermittler und 3 μm Au:Er aufgebracht und strukturiert. Für den in dieser Arbeit beschriebenen Detektor wurde ein Au:Er-Sputtertarget mit einer Erbium-Konzentration von 820 ppm in natürlicher Isotopenzusammensetzung verwendet.

Die letzte Lage beinhaltet die Goldabsorber sowie das Wärmebad. Die Herstellung dieser Strukturen erfolgte über einen Galvanikprozess und soll im folgenden Kapitel ausführlich beschrieben werden.

4.3 Herstellung der Goldabsorber

Wie in Kapitel 3 dargestellt, benötigt man für die Detektion von 100 keV-Photonen mit einer Effizienz von 85 % Goldabsorber mit einer Dicke von mehr als 200 μm . Das im Rahmen dieser Arbeit entwickelte Detektordesign wurde für einen Goldabsorber mit einer Höhe von 200 μm optimiert.

Goldschichten dieser Dicke lassen sich zwar mithilfe thermischen Verdampfens oder Kathodenzerstäubung herstellen, allerdings müsste dabei eine enorme Menge Ausgangsmaterial eingesetzt werden. Es besteht natürlich die Möglichkeit, eine Goldfolie mit gewünschter Dicke auf dem Sensor aufzukleben. Allerdings ist in diesem Fall die thermische Kopplung zwischen Sensor und Absorber nicht ideal, da die Wärme-

leitung durch den Kleber nur von Phononen und nicht mehr von Elektronen getragen wird. Außerdem stellt die Klebeschicht eine zusätzliche Wärmekapazität dar, welche zu Signalverlusten führen kann.

Eine Methode, um hohe Goldstrukturen mit gutem thermischen Kontakt zum Sensor herstellen zu können, besteht in der galvanischen Abscheidung des Metalls.

4.3.1 Galvanische Abscheidung

Unter Galvanik versteht man die Abscheidung eines Metalls aus einer Lösung, dem sogenannten Elektrolyten. In Abbildung 4.4 ist der Prozess des Galvanisierens schematisch dargestellt. In dem Elektrolyten befinden sich zwei Elektroden, zwischen denen eine Spannung angelegt wird. Dadurch wirkt eine elektrostatische Kraft auf die gelösten Ionen in Richtung einer der beiden Elektroden. Die negativ geladenen Anionen bewegen sich zur Anode, die positiven Kationen zur Kathode. An den Elektroden wird die Ladung der Ionen ausgeglichen, das heißt, die Anionen werden reduziert und die Kationen oxidiert. Dabei lagern sich die Ionen an der jeweiligen Elektrode an. Somit fließt durch den Elektrolyten ein von den Ionen getragener Strom I .

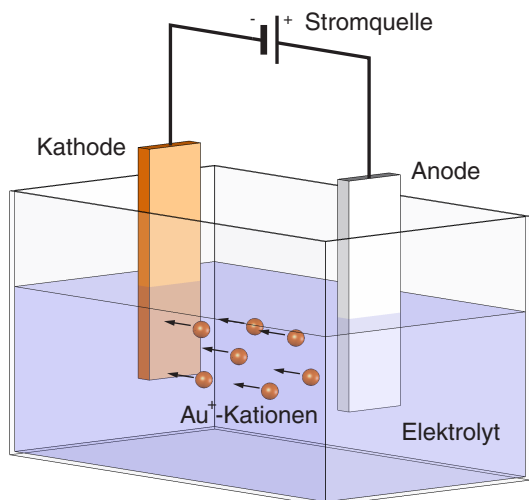


Abb. 4.4: Prinzip des Galvanisierens.

Die Masse m des an einer Elektrode abgeschiedenen Materials lässt sich über das Faradaysche Gesetz der Elektrolyse bestimmen zu

$$m = \frac{ItM}{zF}, \quad (4.1)$$

wobei hier t die Zeit, in der der Strom I durch den Elektrolyten fließt, M die molare Masse des abgeschiedenen Materials, z den Ionisationsgrad und $F = 96485 \text{ C/mol}$ die Faraday-Konstante bezeichnen.

Gold liegt typischerweise als einfach ionisiertes Kation, also als Au^+ , vor und besitzt eine molare Masse von $M = 196,97 \text{ g/mol}$ [Wea82], wodurch sich Gleichung 4.1 schreiben lässt als

$$m = 2,04 \cdot 10^{-6} \frac{\text{kg}}{\text{C}} \cdot It . \quad (4.2)$$

4.3.2 Goldelektrolyte

Im Wesentlichen existieren zwei verschiedene Arten von Elektrolyten, die zur galvanischen Abscheidung von Gold verwendet werden können.

Cyanidhaltige Goldelektrolyte eignen sich nur bedingt zur Herstellung der Goldabsorber, da diese, neben dem Gesundheitsrisiko, den großen Nachteil besitzen, dass sich darin meist auch Wasserstoff-Ionen befindet, die ebenfalls an der Kathode abgeschieden werden. Dies führt dazu, dass das gelöste Gold schwammartig an der Kathode aufwächst und somit die Bindung zwischen den Goldatomen reduziert ist, wodurch nur Schichtdicken von etwa $20 \mu\text{m}$ erreicht werden können.

Mit sulfidischen Goldbädern können im Gegensatz dazu Schichten von mehreren hundert Mikrometern Dicke produziert werden. Der hier verwendete sulfidische Goldelektrolyt⁷ erlaubt die Herstellung solcher Schichten mit einer Reinheit von 4N. Im Rahmen dieser Arbeit wurde durch Magnetisierungsmessungen mit einem kommerziell erhältlichen SQUID-Magnetometer⁸ im Temperaturbereich von 2K bis 300K und in einem Magnetfeld von 5T der Anteil magnetischer Verunreinigungen in den hergestellten Goldschichten zu weniger als 1ppm bestimmt.

4.3.3 Galvanische Herstellung der Goldabsorber

Zur galvanischen Abscheidung von Gold benötigt man, wie in Kapitel 4.3.1 erwähnt, eine Kathode, also eine auf negativem Potential liegende metallische Oberfläche. Auf dieser wächst das gelöste Gold auf, während nichtleitende Strukturen nicht von Gold bedeckt werden. Da die Goldabsorber direkt auf den Au:Er-Sensoren aufgebracht werden sollen, werden diese als Kathode verwendet. Hierzu wurden bei der Strukturierung der Au:Er-Lage alle Sensoren des Wafers über ein Netzwerk aus Verbindungsbahnen elektrisch kontaktiert, um sie mit einer Spannungsquelle verbinden zu können.

Um den Goldverbrauch beim Galvanisieren eines ganzen Wafers zu reduzieren, sollte garantiert werden, dass sich nur auf den Sensoren und auf dem chipinternen Wärmebad Gold abscheidet. Es bietet sich hier an, einen Photolack so zu struk-

⁷AGC® MicroVision-Goldbad, Wieland Dental + Technik GmbH & Co. KG, Pforzheim

⁸MPMS 5XL, Quantum Design, San Diego, CA, USA

turieren, dass dieser während des Galvanisierens die Verbindungsbahnen elektrisch isoliert. Außerdem lassen sich durch solch einen Prozess zwei weitere Probleme lösen. Zum einen besitzt der verwendete Elektrolyt die Eigenschaft, Kupfer zu lösen. Da die Au:Er-Schicht auf einer dünnen Kupferlage aufgebracht ist, muss diese vor Kontakt mit dem Elektrolyten geschützt werden. Dies lässt sich dadurch erreichen, dass man den Rand der Sensoren, also die Stellen, an denen die Kupferschicht freiliegt, mit Photolack bedeckt. Zum anderen lässt sich mit Wänden aus Photolack die Geometrie des aufwachsenden Goldes kontrollieren.

Für die Herstellung der $200\ \mu\text{m}$ hohen Goldabsorber können nicht die zur Strukturierung der anderen fünf Lagen verwendete Photolacke verwendet werden, da diese nicht in solch dicken Schichten strukturiert werden können. Mit dem Photolack NANOTM SU-8⁹ hingegen lassen sich solch hohe Strukturen herstellen. Außerdem zeigt dieser Lack gute chemische Beständigkeit in dem verwendeten Goldelektrolyten.

Die Stromdichte im Elektrolyten wurde während des Galvanisierens auf einen Maximalwert von $j_{\text{max}} \approx 0,1\ \text{mA}/\text{mm}^2$ beschränkt, da bei höheren Stromdichten das zu große Potential das gelöste Gold im Elektrolyten ausfällen würde und dieses somit nicht mehr nutzbar wäre. Verwendet man in Gleichung 4.1 oder 4.2, dass sich die abgeschiedene Masse m schreiben lässt als

$$m = \rho Ah , \quad (4.3)$$

wobei $\rho = 19,32\text{g}/\text{cm}^3$ die Dichte von Gold, A die zu galvanisierende Fläche und h die angestrebte Schichtdicke bezeichnen, so erhält man bei maximaler Stromdichte eine Abscheiderate von $10\ \text{nm}/\text{s}$. Dies erlaubt die Herstellung der $200\ \mu\text{m}$ hohen Goldabsorber in $5,25\ \text{h}$. Während des Galvanisierens wird die Temperatur des Elektrolyten auf $65\ ^\circ\text{C}$ stabilisiert.

4.3.4 Der Negativlack NANOTM SU-8 100

Bei SU-8 handelt es sich um einen Negativlack, der in verschiedenen Viskositäten angeboten wird. Für diese Arbeit wurde die Variante SU-8 100 verwendet, die sich in Schichten von bis zu $700\ \mu\text{m}$ strukturieren lässt. Er lässt sich wie jeder andere Negativlack prozessieren, aufgrund der hohen Schichtdicken sind jedoch längere Back- und Belichtungszeiten notwendig. In Tabelle 4.2 sind die im Rahmen dieser Arbeit verwendeten Prozessparameter für die Herstellung $250\ \mu\text{m}$ und $500\ \mu\text{m}$ dicker SU-8-Schichten zu sehen.

⁹MicroChem Corp., Newton, MA, USA

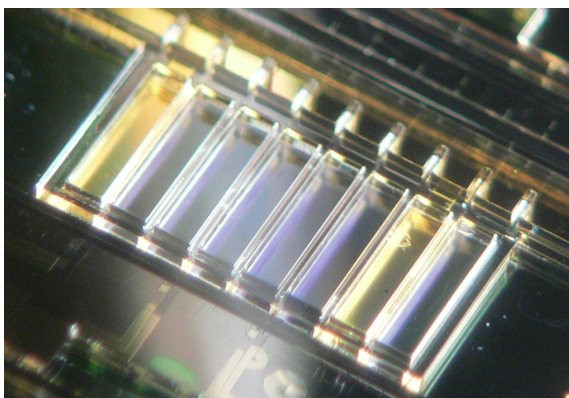


Abb. 4.5: Foto eines mit SU-8 100 belackten Detektor-Chips. Der Photolack bildet $250\ \mu\text{m}$ hohe durchsichtige Wände um die Sensoren.

Lackdicke	$250\ \mu\text{m}$	$500\ \mu\text{m}$
Spincoat	500 rpm für 15 s, 1000 rpm für 30 s	500 rpm für 15 s, 700 rpm für 30 s
Softbake	$65\ ^\circ\text{C}$ für 30 min, $95\ ^\circ\text{C}$ für 90 min	$65\ ^\circ\text{C}$ für 40 min, $95\ ^\circ\text{C}$ für 110 min
Belichtungsintensität	$680\ \text{mJ}/\text{cm}^2$	$800\ \text{mJ}/\text{cm}^2$
Post-Exposure-Bake	$95\ ^\circ\text{C}$ für 20 min	$95\ ^\circ\text{C}$ für 30 min
Entwickeln	in mrDev 600 für 2 h	in mrDev 600 für 2,5 h
Hardbake	–	–

Tab. 4.2: Prozessparameter für $250\ \mu\text{m}$ und $500\ \mu\text{m}$ dicke Schichten aus SU-8 100.

4.3.5 Probleme bei der Herstellung der Goldabsorber

Es ist ein bekanntes Problem, dass sich vollständig polymerisierter SU-8 nur schwer vom Substrat entfernen lässt. Gegen die Lösungsmittel DMF und Aceton ist SU-8 zum Beispiel völlig resistent. In NMP besitzt SU-8 die Eigenschaft, dass er sich nicht darin löst wie andere Photolacke, sondern dass er vielmehr aufquillt und zerbricht. Dabei werden oftmals die auf dem Substrat aufgebrachten Strukturen beschädigt. In [Den02] werden diverse Techniken zum Entfernen von SU-8 zusammengefasst.

So ist es zum Beispiel möglich, die stark unterschiedlichen linearen Ausdehnungskoeffizienten von SU-8 und Substrat auszunutzen¹⁰. Durch Abkühlen zum Beispiel auf Stickstofftemperatur werden SU-8 und Substrat aufgrund thermischer Verspannungen voneinander getrennt. Jedoch ist es bei diesem Prozess möglich, dass Strukturen, die völlig von SU-8 eingeschlossen sind, sich ebenfalls vom Substrat lösen. Im Falle der in dieser Arbeit beschriebenen Anwendung von SU-8 betrifft dies die galvanisierten Absorber des Detektors.

¹⁰Der lineare Ausdehnungskoeffizient von SU-8 beträgt $52,0 \pm 5,1\ \text{ppm}/\text{K}$ [Lor98], der von Silizium $2,6\ \text{ppm}/\text{K}$ [Wea82].

Eine weitere Möglichkeit des Entfernens besteht im Verbrennen des SU-8 bei Temperaturen über 600 °C. Allerdings würden solch hohe Temperaturen eine Diffusion der Er^{3+} -Ionen vom Sensor in den Absorber bewirken, so dass diese Variante bei der Produktion der in dieser Arbeit beschriebenen magnetischen Kalorimeter nicht verwendet werden kann.

Nasschemische Ätzverfahren zum Beispiel in Piranha-Lösung (H_2SO_4 : H_2O_2 im Verhältnis 1 : 4) zeigen nur bei dünnen SU-8-Schichten die gewünschte Wirkung. Bei Lackhöhen von mehreren hundert Mikrometer wird meist nur die oberste Schicht angegriffen.

Desweiteren besteht die Möglichkeit, SU-8 mit einem Plasmaätzprozess zu entfernen. In [Hon04] wird ein Prozess vorgestellt, bei dem mit einem O_2/SF_6 -Plasma SU-8 mit einer Rate von $1,5 - 2 \mu\text{m}/\text{min}$ abgetragen wird. In reinem Sauerstoff wird SU-8 nur sehr langsam abgetragen. Durch das Beimischen von 4 – 5 % SF_6 wird durch die Bereitstellung der Fluor-Ionen der Ätzprozess beschleunigt. Im Rahmen dieser Arbeit wurde versucht, SU-8 mit einem reinen Sauerstoff-Plasma zu ätzen, da die verwendete Plasmaätzanlage nicht für die Verwendung von SF_6 ausgestattet ist. Jedoch führte dieser Versuch nicht zu dem gewünschten Ergebnis, da sich der Lack als ganzes vom Substrat abhob und dabei die Absorber zerstörte.

Bei der Herstellung der Absorber konnte außerdem festgestellt werden, dass das galvanisierte Gold nur schlecht auf den Au:Er-Strukturen haftet. Die galvanisierte Schicht löst sich selbständig vom darunter liegenden Au:Er oder kann mit minimalem Kraftaufwand entfernt werden. Die Ursache dafür ist noch unklar.

Möglicherweise lagert sich zu Beginn des Galvanisierens etwas Wasserstoff an den Au:Er-Strukturen ab, so dass das gelöste Gold nicht an der gesamten Fläche abgeschieden werden kann. Eine weitere mögliche Ursache könnte in der Verwendung des Photolacks liegen. Da der Elektrolyt beim Galvanisieren eine Temperatur von 65 °C besitzt, wäre es möglich, dass aufgrund der unterschiedlichen thermischen Ausdehnung von SU-8 und Gold die galvanisierten Strukturen eine mechanische Verspannung erfahren.

Aufgrund der hier beschriebenen Schwierigkeiten war es bis zum jetzigen Zeitpunkt nicht möglich, einen Chip des in Kapitel 3.5 vorgestellten Designs mit galvanisierten Goldstrukturen als Absorber und chipinternes Wärmebad herzustellen. Die Produktion des Detektors bis einschließlich zur fünften Lage ist jedoch unkritisch. Daher soll im folgenden Kapitel das im Rahmen dieser Arbeit entwickelte Design anhand eines bis zur Sensorlage prozessierten Chips charakterisiert werden.

5. Experimentelle Methoden

5.1 Erzeugung tiefer Temperaturen

Wie in Kapitel 2.1 erwähnt, werden magnetische Kalorimeter bei Temperaturen zwischen 10 mK und 100 mK betrieben. Um solch tiefe Temperaturen zu erreichen, ist es nötig, den Detektor zu kühlen und vor äußerer Wärmestrahlung abzuschirmen. Heutzutage ist dies auf verschiedene Weisen mit vertretbarem Aufwand realisierbar. Eine Übersicht über die unterschiedlichen Methoden zum Erreichen von Temperaturen im Millikelvin-Bereich findet sich beispielsweise in [Ens00b]. Im Folgenden soll die Variante des Verdünnungskryostaten beschrieben werden.

In einem Kryostaten wird die Temperatur meist in mehreren Schritten von Zimmertemperatur bis zum Erreichen weniger Millikelvin reduziert. In dem hier beschriebenen Verdünnungskryostaten wird zunächst mittels eines mit flüssigem Stickstoff gefüllten Bades die Temperatur auf 77 K verringert. In dessen Inneren folgt, getrennt durch ein Isolationsvakuum, ein Heliumbad, das eine Temperatur von 4,2 K besitzt. Verringert man durch Abpumpen den Dampfdruck über einem Volumen flüssigem ^4He , so lässt sich ohne großen Aufwand dessen Temperatur von 4,2 K auf etwa 1 K senken. Das Abpumpen geschieht typischerweise nicht am Heliumbad selbst, sondern an einem zusätzlichen mit ^4He gefüllten Behälter, dem sogenannten 1 K-Topf, der sich in einem im Heliumbad eingelassenen Vakuumtopf befindet.

Das Herzstück eines Verdünnungskryostaten bildet der $^3\text{He}/^4\text{He}$ -Kreislauf, durch den erst das Erreichen von Temperaturen bis typischerweise 5 mK ermöglicht wird. Mischungen aus ^3He und ^4He besitzen die Eigenschaft, dass sich bei Temperaturen unter 0,87 K eine Mischungslücke bildet, wodurch es zu einer Separation des Gemischs in eine zu fast 100 % aus ^3He bestehende Phase und in eine Phase mit maximal 6,5 % ^3He kommt. Kühlung wird nun durch den Übergang von ^3He -Atomen aus der leichten Phase in die schwere Phase in der sogenannten Mischkammer erreicht. Dieser Prozess kann als Verdampfen von ^3He in das Quasivakuum bestehend aus suprafluidem ^4He betrachtet werden. Ähnlich dem Verdampfen, so wird auch bei diesem Mischvorgang der ^3He -reichen Phase beim Übergang von ^3He -Atomen in die verdünnte Phase latente Wärme entzogen. Als Resultat sinkt die Temperatur der ^3He -reichen Phase, der Mischkammer sowie der daran befestigten Experimentierplattform. Durch die Verwendung eines geschickt aufgebauten ^3He -Kreises (siehe zum Beispiel [Ens00b]) kann man eine konstante Rate an ^3He -Atomen, die über die Phasengrenze wechseln, und somit eine kontinuierliche Kühlleistung erreichen.

Der für die in Kapitel 6 dargestellten Messungen verwendete Verdünnungskryostat besitzt in gutem thermischen Kontakt zur Mischkammer eine Kupferplattform, auf der der in Kapitel 5.3 beschriebene Detektoraufbau befestigt wird. Die Plattform kann auf bis zu 18 mK abgekühlt werden. Auf der Plattform befindet sich ein Rutheniumoxid-Widerstandsthermometer, das am Walther-Meißner-Institut in München bis zu Temperaturen von 21 mK kalibriert wurde. Bei 25 mK besitzt es eine Temperaturabhängigkeit von $d \log(R) / d \log(T) = 1,6$. Der Widerstand des Thermometers wird mit einer Widerstandsbrücke¹ mittels Vierdrahtmessung mit einer relativen Auflösung von $\Delta R/R = 2 \cdot 10^{-5}$ ausgelesen. Zur Temperaturregelung befindet sich auf der Experimentierplattform ein Heizer, dessen Heizleistung über einen PID-Regler² gesteuert wird.

5.2 dc-SQUID-Magnetometer

5.2.1 Eigenschaften eines dc-SQUIDs

Die heutzutage genauesten Messungen kleiner Änderungen des magnetischen Flusses bei zugleich großer Bandbreite sind mit sogenannten dc-SQUID-Magnetometern möglich, welche unter Verwendung des Josephson-Effekts funktionieren. Sind zwei Supraleiter durch eine dünne nichtleitende Schicht voneinander getrennt, so ist es den Cooper-Paaren bis zu einer kritischen Stromstärke I_c möglich, über diese Barriere, den sogenannten Josephson-Kontakt, kohärent zu tunneln, ohne dass eine Spannung abfällt. Bei Überschreitung der kritischen Stromstärke springt die Spannung auf einen endlichen Wert, der durch die Quasiteilchen-Charakteristik des Kontakts gegeben ist. Beim Tunneln erfährt die makroskopische Wellenfunktion der Cooper-Paare eine Phasenverschiebung δ . Für eine ausführliche Beschreibung des Josephson-Effekts siehe zum Beispiel [Ens00b].

Bei einem dc-SQUID-Magnetometer, wie in Abbildung 5.1a) schematisch dargestellt, handelt es sich um eine supraleitende Schleife, die an zwei Stellen durch Josephson-Kontakte unterbrochen ist. Parallel zu den Josephson-Kontakten befinden sich Widerstände, die das hysteretische Verhalten des SQUIDs reduzieren [Cla04]. Die Josephson-Kontakte erlauben, dass sich der magnetische Fluss innerhalb der Schleife ändern kann. Treibt man von außen einen Betriebsstrom I_b durch die Schleife, so fällt, wie bei einem einfachen Josephson-Kontakt, bis zur kritischen Stromstärke I_c keine Spannung über dem SQUID ab. Hierbei beeinflusst die Geometrie der Tunnelkontakte den Wert des kritischen Stroms. Zusätzlich ist I_c auch periodisch von dem

¹SIM900 Mainframe, SIM921 AC Resistance Bridge, Stanford Research Systems, Sunnyvale, CA, USA

²LR130, Linear Research Inc., San Diego, CA, USA

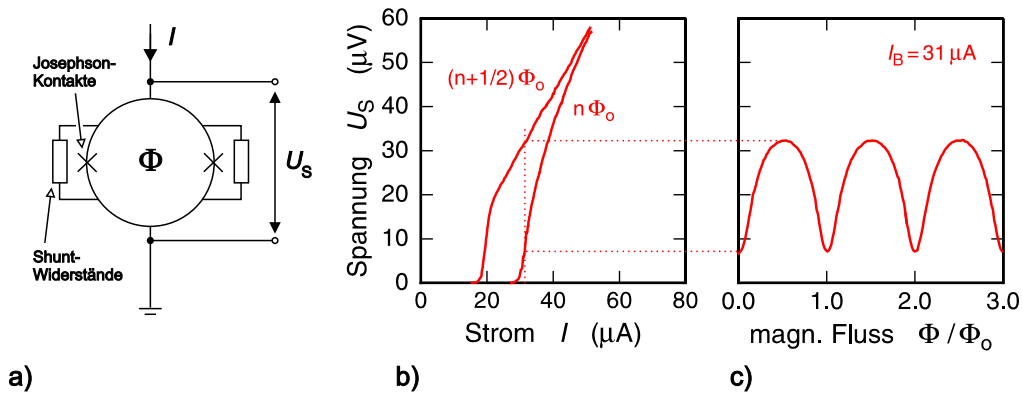


Abb. 5.1: dc-SQUID. **a)** Schematische Darstellung. **b)** Strom-Spannungs-Charakteristik für $\Phi = n\Phi_0$ und $\Phi = (n + 1/2)\Phi_0$. **c)** Spannungsabfall über dem SQUID bei konstantem Strom als Funktion des magnetischen Flusses.

magnetischen Fluss Φ innerhalb der SQUID-Schleife abhängig. Er ist maximal im Falle $\Phi = n\Phi_0$, wobei n eine ganze Zahl und $\Phi_0 = h/2e = 2,07 \cdot 10^{-15}$ Vs das magnetische Flussquant sind, und minimal für $\Phi = (n + 1/2)\Phi_0$. In Abbildung 5.1b) ist die Strom-Spannungs-Charakteristik eines dc-SQUIDS für diese beiden Extremfälle dargestellt. Betreibt man das SQUID mit einem Betriebsstrom knapp oberhalb der maximalen kritischen Stromstärke ($I_b > I_c(n\Phi_0)$), so fällt über dem SQUID ein mit dem eingeschlossenen magnetischen Fluss periodisch variierendes Spannungssignal ab. Abbildung 5.1c) zeigt diese periodische Abhängigkeit.

5.2.2 Linearisierung des SQUID-Signals

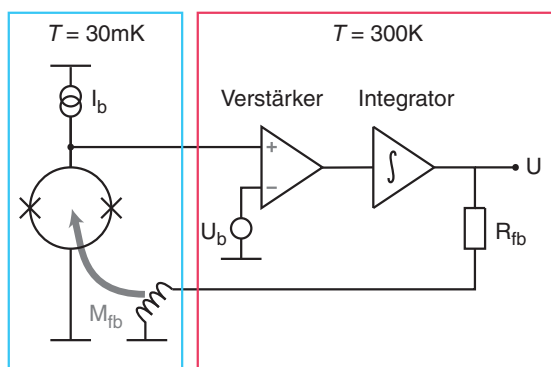


Abb. 5.2: Schematische Darstellung der FLL-Schaltung.

Wie oben erwähnt besitzt im Falle $I_b > I_c(n\Phi_0)$ die über dem SQUID abfallende Spannung oszillatorisches Verhalten und ist nur in einem kleinen Intervall $\delta\Phi \approx \pm\Phi_0/4$ eine monotone Funktion des magnetischen Flusses. Durch eine Rückkoppel-Elektronik lässt sich das Signal jedoch über einen größeren Bereich linearisie-

ren. In [Dru04] wird eine solche FLL³-Elektronik im Detail diskutiert. Eine schematische Darstellung einer solchen Schaltung ist in Abbildung 5.2 zu sehen.

Die über dem SQUID abfallende Spannung wird zunächst bei Zimmertemperatur verstärkt, wobei die Referenzspannung U_b so gewählt wird, dass sie dem Spannungsabfall über dem SQUID am Arbeitspunkt entspricht. Das so verstärkte Signal wird von einem Spannungsintegrator integriert, dessen Ausgangsspannung einen Strom durch den Widerstand R_{fb} und die Rückkoppelspule treibt. Der so erzeugte Rückkoppelfluss $\Phi_{fb} = M_{fb}U/R_{fb}$ kompensiert jegliche von außen in das SQUID eingekoppelte Flussänderung $\Delta\Phi$ und hält das SQUID somit am gewünschten Arbeitspunkt der U - Φ -Kennlinie, an dem diese besonders steil ist. Die Ausgangsspannung U des Integrators dient zugleich als Ausgangssignal der FLL-Elektronik und ist proportional zu der zu messenden Flussänderung $\Delta\Phi$, da

$$\Delta\Phi = -\Delta\Phi_{fb} = -M_{fb}\frac{U}{R_{fb}}. \quad (5.1)$$

5.2.3 Zweistufiger SQUID-Aufbau

Die Verwendung eines SQUIDs als empfindlicher Fluss-Spannungs-Wandler ist zwar wie im vorherigen Abschnitt beschrieben theoretisch möglich, praktisch stellt sich jedoch das Problem, dass das Spannungsrauschen des bei Zimmertemperatur arbeitenden Verstärkers das eigentliche SQUID-Signal überlagert. Verstärkt man jedoch das SQUID-Signal zusätzlich bei tiefen Temperaturen, so kann das Verhältnis von Signal zu Verstärkerrauschen deutlich vergrößert werden. Als zusätzlicher Verstärker bei tiefen Temperaturen bietet sich der Einsatz eines weiteren SQUIDs oder eines SQUID-Arrays an. Ein solcher zweistufiger SQUID-Aufbau ist in Abbildung 5.3 skizziert.

Die am primären SQUID, im Folgenden als Detektor-SQUID bezeichnet, durch eine Flussänderung $\Delta\Phi_1$ erzeugte Spannungsänderung ΔU_1 verursacht in dem dazu parallelen Stromkreis eine Stromänderung $\Delta I_1 = \Delta U_1/R_g$. Diese wird über die Gegeninduktivität M_{12} als magnetischer Fluss $\Delta\Phi_2 = M_{12}\Delta I_1$ in das Verstärker-SQUID⁴ eingekoppelt. Man erreicht somit eine Fluss-zu-Fluss-Verstärkung $G_\Phi = \Delta\Phi_1/\Delta\Phi_2$. Die Änderung der über dem Verstärker-SQUID abfallenden Spannung wird wie in Kapitel 5.2.2 bei Zimmertemperatur verstärkt und integriert. Die Rückkopplung zur Linearisierung des Signals erfolgt nun so, dass der magnetische Fluss im Detektor-SQUID auf einem festen Wert gehalten wird.

Der Widerstand R_g sollte hierbei möglichst klein gewählt werden, um dessen Bei-

³Abkürzung für **F**lux-**L**ocked **L**oop

⁴Im Folgenden wird zur Vereinfachung das Verstärker-SQUID-Array auch als Verstärker-SQUID bezeichnet

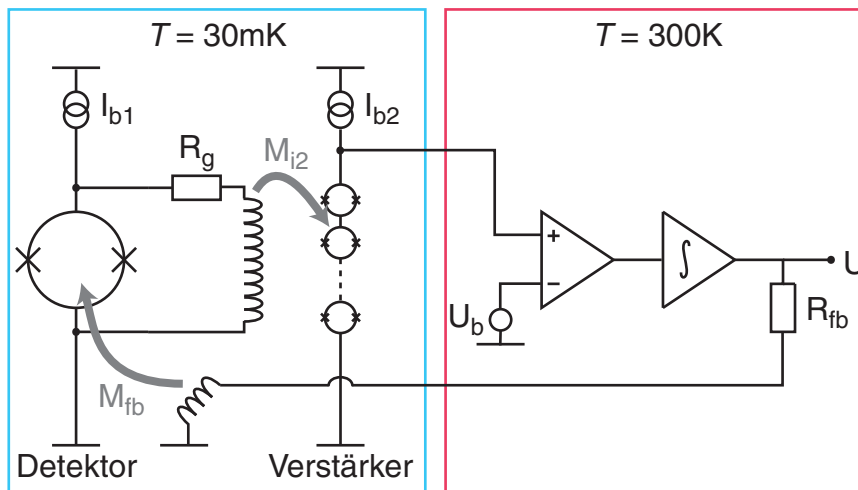


Abb. 5.3: Schematische Darstellung eines zweistufigen SQUID-Aufbaus. Als Tieftemperaturverstärker wird hier ein SQUID-Array verwendet.

trag zum Rauschen zu reduzieren und um die Fluss-zu-Fluss-Verstärkung G_Φ zu maximieren. Jedoch sollte R_g den Hub des magnetischen Flusses im Verstärker-SQUID auf einen Wert kleiner als ein Flussquant beschränken, da dann, wie zum Beispiel in [Fle03] gezeigt, der Arbeitspunkt eindeutig definiert ist.

5.2.4 Eigenschaften der verwendeten SQUIDs

Zum Auslesen der Signale des hier vorgestellten Detektors wurde ein zweistufiger SQUID-Aufbau, wie im vorherigen Abschnitt beschrieben, verwendet. Ein SQUID der C4XS1-Serie⁵ diente als Detektor-SQUID, als Verstärker kam ein Array der Serie C5X16FL⁶ bestehend aus sechzehn SQUIDs zum Einsatz. Diese Kombination ist in den relevanten Parametern identisch zu dem in der Optimierung in Kapitel 3.4 angenommenen SQUID.

Die Abhängigkeit der über dem Verstärker-SQUID abfallenden Spannung U_2 vom magnetischen Fluss im Verstärker-SQUID Φ_2 beziehungsweise im Detektor-SQUID Φ_1 ist in Abbildung 5.4 zu sehen. Im linken Diagramm ist die U_2 - Φ_2 -Charakteristik des Verstärker-SQUID-Arrays dargestellt. Hierzu wurde der Fluss Φ_2 im Verstärker-SQUID variiert und die darüber abfallende Spannung U_2 gemessen. Die Steigung der Kennlinie im eingezeichneten Arbeitspunkt beträgt $\Delta U_2 / \Delta \Phi_2 = 1,6 \text{ mV} / \Phi_0$. Das rechte Diagramm zeigt die U_2 - Φ_1 -Charakteristik des zweistufigen Aufbaus, wobei hier der Fluss Φ_1 im Detektor-SQUID geändert wird, während der Spannungsabfall U_2

⁵PTB, Berlin

⁶PTB, Berlin

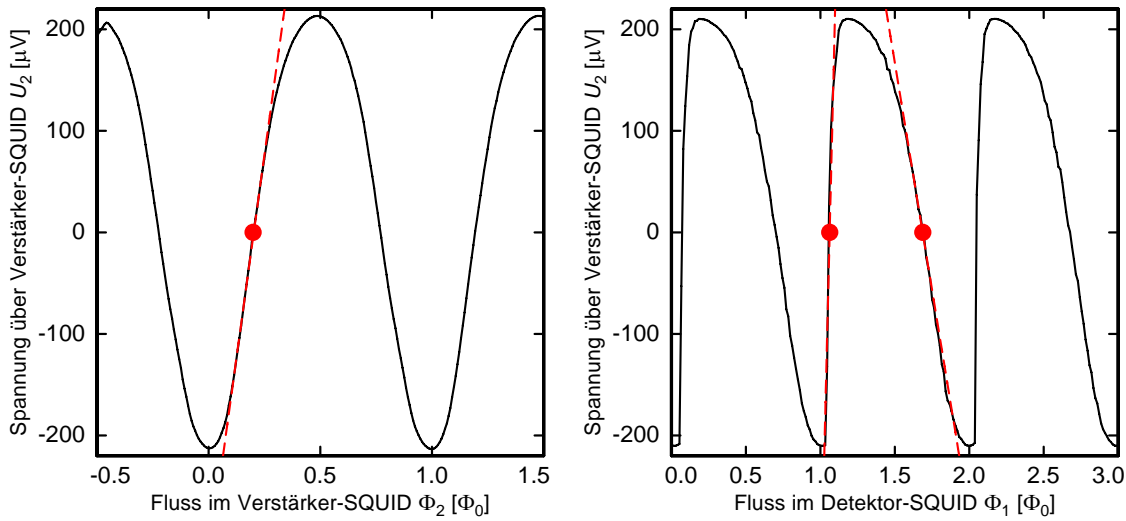


Abb. 5.4: U - Φ -Charakteristiken der verwendeten SQUIDs und die idealen Arbeitspunkte. **Links:** U_2 - Φ_2 -Kennlinie des Verstärker-SQUID-Arrays. Die Steigung im Arbeitspunkt beträgt $\Delta U_2/\Delta \Phi_2 = 1,6 \text{ mV}/\Phi_0$. **Rechts:** U_2 - Φ_1 -Kennlinie der zweistufigen SQUID-Anordnung. Im Arbeitspunkt auf der positiven Flanke beträgt die Steigung $\Delta U_2/\Delta \Phi_1|_p = 8,4 \text{ mV}/\Phi_0$, auf der negativen Flanke $\Delta U_2/\Delta \Phi_1|_n = -895 \text{ μV}/\Phi_0$.

über dem Verstärker-SQUID bestimmt wird.

Da der hier verwendete Detektor-SQUID-Chip der Serie C4XS1 chip-intern über eine sogenannte APF⁷-Schaltung verfügt, die einen Teil des Detektor-SQUID-Signals über eine Spule wieder in das SQUID rückkoppelt, besitzt die Kennlinie des Detektor-SQUIDs und damit auch die des zweistufigen Aufbaus, wie in [Dru04] erläutert, eine asymmetrische Form. Je nachdem, ob sich der Arbeitspunkt auf der positiven oder auf der negativen Flanke befindet, erhält man somit eine andere Steigung. Der hier beschriebene zweistufige SQUID-Aufbau besitzt in den idealen Arbeitspunkten eine Steigung von $\Delta U_2/\Delta \Phi_1|_p = 8,4 \text{ mV}/\Phi_0$ auf der positiven beziehungsweise $\Delta U_2/\Delta \Phi_1|_n = -895 \text{ μV}/\Phi_0$ auf der negativen Flanke.

Die Fluss-zu-Fluss-Verstärkung G_Φ , die gegeben ist durch das Verhältnis der Steigung im Arbeitspunkt des zweistufigen Aufbaus $\Delta U_2/\Delta \Phi_1$ zu der des Verstärker-SQUIDs $\Delta U_2/\Delta \Phi_2$, beträgt für die hier verwendete SQUID-Kombination somit $G_{\Phi,n} = 0,56$, wenn der Arbeitspunkt auf der negativen Flanke gewählt wird, und $G_{\Phi,p} = 5,26$ für die Wahl der positiven Flanke.

⁷Abkürzung für **A**dditional **P**ositive **F**eedback

5.3 Experimenteller Aufbau

5.3.1 Detektoraufbau

In Abbildung 5.5 ist der experimentelle Aufbau als Skizze sowie als Foto dargestellt.

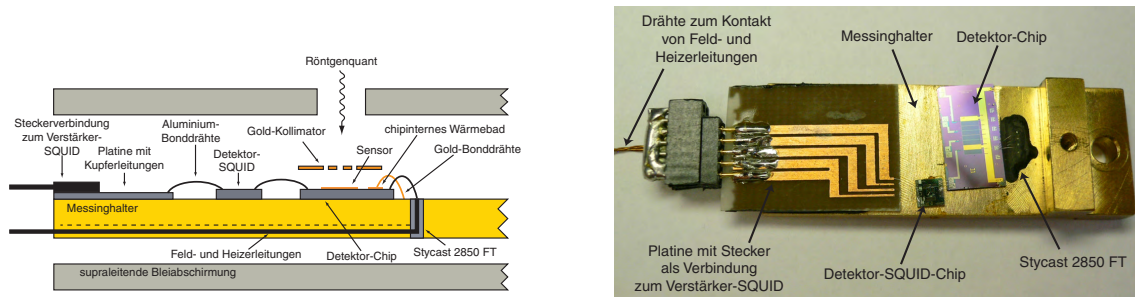


Abb. 5.5: Links: Skizze des Detektoraufbaus. Rechts: Foto des experimentellen Aufbaus ohne Bleiabschirmung und Kollimator. In diesem Bild sind die Pins des Steckers zum Schutz des Detektor-SQUIDs kurzgeschlossen.

Einer der in Kapitel 3.5 vorgestellten Detektorchips ohne Absorber wurde mittels des Zweikomponenten-Epoxidharzes Stycast 2850 FT⁸ auf einen 42 mm langen und 15 mm breiten Halter aus Messing aufgeklebt. Um Beschädigungen des Chips aufgrund thermischer Verspannungen zu vermeiden, wurde dieser nur punktuell verklebt. Zur Verbesserung der thermischen Ankopplung des Chips an den Halter wurden mehrere Gold-Bonddrähte zwischen dem chipinternen Wärmebad und dem Messinghalter gesetzt. Dadurch ist es den Au:Er-Sensoren möglich, nicht nur phononisch durch das Silizium-Substrat sondern auch elektronisch durch diese Golddrähte zu thermalisieren.

Obwohl der Detektorchip acht Sensoren auf vier Doppelmäandern besitzt, wird nur der Doppelmäander 4 in diesen Messungen ausgelesen. Auf die linken Hälfte des Doppelmäanders wurde ein Au:Er-Sensor gesputtert, während der rechte Mäander keinen Sensor besitzt. Dadurch wird zwar die gradiometrische Funktionsweise des Detektors zerstört, jedoch erlaubt ein solcher Aufbau die Bestimmung der Magnetisierung des paramagnetischen Sensors als Funktion der Temperatur (siehe Kapitel 6.1) und somit eine bessere Charakterisierung des Aufbaus.

Der verwendete Messinghalter dient sowohl der Fixierung des Aufbaus auf der Experimentierplattform im Kryostaten als auch als Wärmebad. Obwohl Messing bei Temperaturen um 100 mK mit $\kappa = 6 \cdot 10^{-4} \text{ W/cmK}$ [Pob92] eine um etwa zwei Größenordnungen geringere thermische Leitfähigkeit als Kupfer besitzt, wurde es als Material für den Halter verwendet, da durch die ebenfalls vergleichsweise gerin-

⁸Emerson & Cuming, Westerlo, Belgien

ge elektrische Leitfähigkeit von $\sigma = 1,43 \Omega^{-1}\text{m}^{-1}$ [Wea82] eine Reduktion des durch die Leitungselektronen verursachten magnetischen Johnson-Rauschens im Detektor erreicht wird.

Auf dem gleichen Messinghalter wurde der Chip, der das Detektor-SQUID und dessen Einkoppelspule beherbergt, mithilfe des tieftemperaturgeeigneten Spulenlacks GE 7031 Varnish fixiert. Des weiteren wurde eine Kupferplatine, die zur Kontaktierung zwischen Detektor- und Verstärker-SQUID verwendet wird, mit Stycast 2850 FT aufgeklebt.

Die elektrische Kontaktierung zwischen Detektor-Chip und der Einkoppelspule des Detektor-SQUIDs findet über Aluminium-Bonddrähte mit einem Durchmesser von $25 \mu\text{m}$ statt. Aluminium ist bei Temperaturen unterhalb $1,18 \text{ K}$ supraleitend, sodass Detektor und SQUID im Regelbetrieb supraleitend verbunden sind. Außerdem ist die Verwendung von Aluminium beim Einfrieren des Dauerstroms von Bedeutung, wie in Kapitel 5.4 erläutert wird. Auch für die Verbindung des Detektor-SQUIDs mit den Leiterbahnen der Kupferplatine werden solche Aluminiumdrähte verwendet, wobei hier die Verwendung eines Supraleiters nicht zwingend notwendig wäre. Die Platine besitzt an ihrem Ende einen Stecker, über den die Verbindung zum Verstärker-SQUID-Array hergestellt wird.

Durch eine Ausbohrung wurden vier supraleitende Drähte⁹ von unten durch den Messinghalter geführt und mit Stycast 2850 FT eingeklebt. Dadurch ist es möglich, auf die Stirnseiten dieser Drähte Aluminium-Bonddrähte zur Kontaktierung der Feldleitungen und des Heizers des supraleitenden Stromschalters zu setzen.

Zur Abschirmung des Detektors und des Detektor-SQUIDs vor äußeren elektromagnetischen Feldern wird der gesamte Messinghalter von einem Vierkantrohr aus supraleitendem Blei umhüllt. Um dennoch das Eindringen von Röntgenquanten der in Kapitel 5.6 beschriebenen ^{55}Fe -Quelle zu ermöglichen, befindet sich in der Bleihülle direkt oberhalb des Detektors eine Öffnung. Auf eine Messingbrücke, die den Detektor-Chip überspannt, wurde eine mit drei Löchern versehene Goldfolie geklebt. Diese fungiert als Kollimator und garantiert, dass die Röntgenquanten nur im Sensor und nicht auch im umliegenden Substrat absorbiert werden. Die Löcher in der Goldfolie besitzen Durchmesser von etwa $250 \mu\text{m}$ und sind über die Länge des Sensors verteilt. Die Kollimatoröffnung wurde hier absichtlich in drei Einzellöcher unterteilt, um eine etwaige Positionsabhängigkeit des Detektorsignals zu untersuchen.

Das Verstärker-SQUID-Array befindet sich auf einem separaten Messinghalter und ist ebenfalls von einer Bleihülle umgeben, um elektromagnetische Störfelder abzuschirmen, und wurde auf der Experimentierplattform des Kryostaten befestigt.

⁹Nb:Ti/Cu:Ni. Supraleitende Nb:Ti-Drähte sind in einer Cu:Ni-Matrix eingebettet, welche es erlaubt, Lötverbindungen herstellen zu können.

5.3.2 Leitungsführung im Kryostaten

Zum Betrieb des Detektors mit zweistufigem SQUID-Aufbau benötigt man insgesamt zwölf Leitungen, die von außen bis auf die Experimentierplattform des Kryostaten geführt werden müssen. Eine schematische Darstellung der Leitungsführung im Kryostaten ist in Abbildung 5.6 zu sehen.

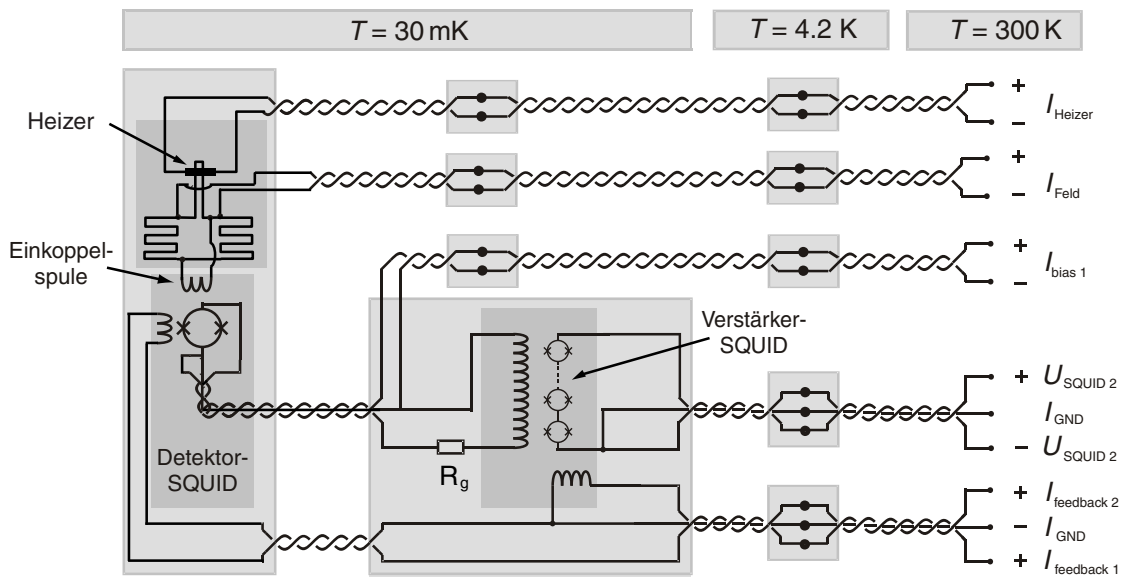


Abb. 5.6: Schematische Darstellung der Leitungsführung im Kryostaten. Zur vereinfachten Übersicht sind nicht alle thermischen Ankopplungen eingezeichnet.

Um Streuinduktivitäten und somit das Einkoppeln elektromagnetischer Störsignale zu verringern, werden zusammengehörige Drähte, wie zum Beispiel Hin- und Rückleitung des Heizers des Dauerstromschalters, verdreht. Zusätzlich werden die Drähte durch CuNi-Kapillaren geführt, wodurch hochfrequente elektromagnetische Signale abgeschirmt werden. An mehreren Temperaturstufen des Kryostaten werden die Leitungen thermisch abgefangen, das bedeutet, die Drähte werden hier auf eine Leiterbahn gelötet, die sich in gutem thermischen Kontakt zur jeweiligen Stufe befindet. Dies verringert parasitäre Wärmeeinträge aufgrund der Wärmeleitung durch die Drähte. Um diese Einträge noch weiter zu reduzieren, werden für die SQUID-Leitungen ab der thermischen Ankopplung am Heliumbad und für die Feld- und Heizerleitungen ab der sogenannten Still (Verdampfer) des Verdünnungskryostaten supraleitende Nb:Ti/Cu:Ni-Drähte verwendet, da Supraleiter nur eine phononische Wärmeleitfähigkeit besitzen.

5.4 Präparation des Dauerstroms im Mäander

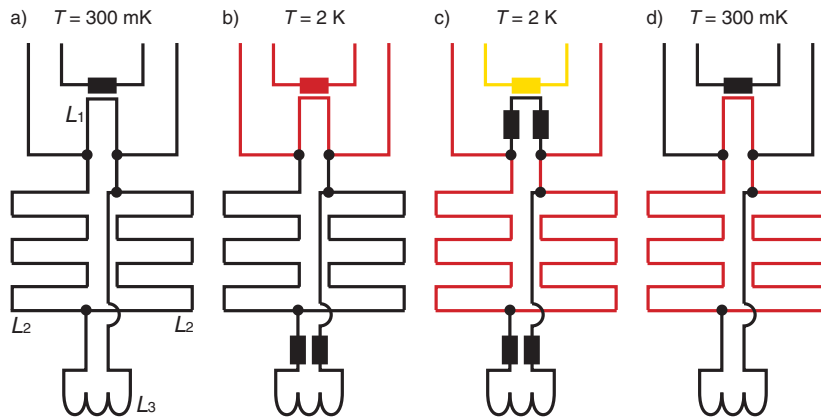


Abb. 5.7: Vorgehensweise bei der Präparation des Dauerstroms. **a)** Die Experimentierplattform befindet sich bei 300 mK. **b)** Heizen des Chips auf 2 K, die Bonddrähte werden normalleitend, der Großteil des Stroms fließt durch L_1 . **c)** lokales Heizen auf über 9,25 K, der obere Weg wird normalleitend, der Strom fließt durch den Mäander. **d)** Ende des Heizens, der Chip kühlt wieder ab auf 300 mK, der Strom ist in der supraleitenden Schleife eingefroren.

Metallische magnetische Kalorimeter mit mäanderförmiger Detektionsspule erlauben es, das zur Ausrichtung der Spins benötigte Magnetfeld durch einen Dauerstrom im supraleitenden Mäander zu erzeugen. In Abbildung 5.7 ist die Vorgehensweise bei der Präparation des Dauerstroms erläutert.

Um einen Dauerstrom im Mäander zu präparieren, während sich die Experimentierplattform des Kryostaten bei Temperaturen von etwa 300 mK befindet, appliziert man durch den Au:Pd-Heizer einen Strom, der den gesamten Chip auf etwa 2 K erwärmt. Dadurch werden die Aluminium-Bonddrähte normalleitend, während der Niob-Mäander seine supraleitende Eigenschaft behält.

Ein von außen durch den Mäander getriebener Strom I_0 kann nun drei mögliche Wege durch die Struktur nehmen. Ein Teil des Stroms wird durch den unter dem Heizwiderstand liegenden Mäanderstreifen mit Induktivität L_1 fließen. Außerdem fließt ein Teil durch die beiden Mäanderhälften, die zusammen die Induktivität $2L_2$ besitzen. Da die Aluminium-Bonddrähte zur Einkoppelspule des SQUIDs normalleitend sind, fließt in dieser Situation kein Strom in diesem Zweig. Die beiden Wege durch die Induktivität L_1 und durch die beiden Mäanderhälften bilden zusammen eine geschlossene supraleitende Schleife, in deren Inneren das Prinzip der magnetischen Flussershaltung gilt. Daher teilt sich der Strom I_0 entsprechend der Induktivitäten der beiden Wege auf. Der Großteil des Stroms fließt hierbei entlang des kurzen Weges, da dessen Induktivität L_1 wesentlich geringer ist als die der beiden Mäander.

Durch einen kurzen Strompuls durch den Heizer zusätzlich zu dem bereits fließenden Heizstrom kann nun lokal auf über 9,25 K geheizt werden, wodurch der unter dem Heizer liegende Mäanderstreifen normalleitend getrieben wird. Dies führt dazu, dass nun der gesamte eingespeiste Strom durch die beiden Mäanderhälften fließt. Hierbei dringt der magnetische Fluss $\Phi = 2L_2I_0$ in das Innere der vorher komplett supraleitenden Schleife ein.

Nach dem Heizpuls wird der Mäanderstreifen unter dem Heizer wieder supraleitend, so dass der Fluss im Inneren der Schleife gefangen ist. Nach dem Abschalten der Stromquelle fließt daher durch die Schleife ein felderzeugender Dauerstrom

$$I_F = \frac{2L_2}{2L_2 + L_1} I_0 \approx I_0 . \quad (5.2)$$

Das Heizen des gesamten Chips auf 2 K ist hierbei von entscheidender Bedeutung. Würde man die Aluminium-Bonddrähte nicht normalleitend treiben, so würde nach dem Heizpuls ein nennenswerter Teil des eingespeisten Stroms den Weg durch eine Mäanderhälfte und die Einkoppelpule wählen. Dieser vergleichsweise große Strom durch die Einkoppelpule würde zu großen Magnetfeldern in der Umgebung des SQUIDs führen, dessen Eigenschaften hierdurch stark degradiert werden würden.

Zur Bestimmung der Heizleistungen, die benötigt werden, um die Aluminium-Bonddrähte beziehungsweise den Mäanderstreifen unter dem Heizer normalleitend zu treiben, werden folgende Methoden verwendet.

Wenn die Bonddrähte noch supraleitend sind, so besitzt das Rauschspektrum des SQUID-Signals den in Abbildung 3.3 gezeigten Verlauf. Werden die Bonddrähte normalleitend, so führt deren Stromrauschen über die Einkoppelpule zu zusätzlichem Flussrauschen im SQUID.

Um zu erkennen, wann der Mäanderstreifen unter dem Heizer normalleitend wird, ersetzt man in dem oben beschriebenen Verfahren den Strom I_0 durch einen hochfrequenten Wechselstrom. Obwohl die Bonddrähte ohmsche Widerstände darstellen, sind die Stromstärken durch die Einkoppelpule und durch die beiden Mäanderhälften für Wechselströme ähnlich groß, da der Mäander aufgrund seiner Induktivität eine endliche Impedanz besitzt. Wird nun der obere Weg normalleitend, so erhöht sich der Strom durch die Einkoppelpule, was zu einem vergrößerten SQUID-Signal führt.

Im Falle des hier verwendeten Detektors benötigt man bei einer Temperatur der Experimentierplattform von 300 mK einen Heizstrom von 2,3 mA, um den Rand des Chips unter den Aluminium-Bonddrähten zum SQUID auf 2 K zu erwärmen, während die Stromstärke des zusätzlichen Heizpulses 0,8 mA betragen sollte.

5.5 Aufnahme der Daten und Analyse der Signale

In Kapitel 5.2.2 wurde bereits erläutert, dass die Ausgangsspannung U der SQUID-Elektronik bei Verwendung einer FLL-Schaltung direkt proportional zur Änderung des magnetischen Flusses im Mäander ist. Daher besitzt das Spannungssignal nach der Absorption eines Röntgenquants im Detektor die in Abbildung 3.2 gezeigte Form eines Pulses.

Zur Aufnahme des Ausgangssignals wird dieses zunächst auf zwei Kanäle aufgeteilt, wovon ein Kanal als Signalkanal und der andere als Trigger fungieren soll. Beide Signale werden zunächst rauscharm verstärkt, wobei die verwendeten Verstärker¹⁰ auch als Bandpassfilter mit einer Flankensteilheit von 6 dB/Oktave verwendet werden können. Die Verwendung eines Tiefpassfilters reduziert hochfrequentes Rauschen in den Signalen während ein Hochpassfilter ein Driften der Nulllinie des Signals aufgrund Temperaturschwankungen des Kryostaten vermindert. Jedoch sollte beachtet werden, dass ein Hochpassfilter die Form der Signale verfälscht. Die Grenzfrequenz f_{gr} des Tiefpassfilters sollte in den Messungen so gewählt werden, dass die Nyquist-Bedingung $f_{gr} < f_{sample}/2$ erfüllt ist, wobei f_{sample} die Abtastfrequenz des Analog-Digital-Wandlers bezeichnet. Ist dies nicht gegeben, so kommt es zu einem Aliasing-Effekt, wodurch die hochfrequenten Störsignale zu niedrigeren Frequenzen verschoben werden.

Anschließend werden die Signale durch eine Oszilloskop-Karte¹¹ mit einer Auflösung von 12 bit digitalisiert. Die Aufzeichnung der Signale erfolgt mit einer in [Sch00] entwickelten Software, die in einem variablen Zeitfenster Δt typischerweise 16384 Spannungswerte speichert¹². Dabei wird ein solches Zeitfenster aufgenommen, wenn das Triggersignal einen festgelegten Schwellenwert überschreitet. Etwa 25 % des aufgezeichneten Zeitintervalls stellt hierbei das SQUID-Signal vor dem eigentlichen Puls dar. Daraus lässt sich erkennen, ob sich der Sensor zum Zeitpunkt der Absorption eines Photons im thermischen Gleichgewicht befand. Nach jeweils fünf gespeicherten Pulsen wird außerdem ein Zeitfenster ohne Puls, ein sogenanntes Ruhesignal, aufgezeichnet. Dies lässt sich zur Analyse des Rauschens und zur Bestimmung dessen Beitrags zur Linienbreite des Detektors verwendet werden.

Die Analyse der Daten erfolgt über eine χ^2 -Methode, die in [Fle98] beschrieben wird. Man nimmt hierbei an, dass die Anstiegs- und Abklingzeiten für alle Pulse gleich ist und sich die verschiedenen deponierten Energiemengen nur in der Amplitude des Signals bemerkbar machen. Daher findet eine Einteilung der Pulse nach Amplitude und nach quadratischer Abweichung zu einem Referenzpuls statt.

¹⁰SRS-560, Stanford Research Systems, Sunnyvale, CA, USA

¹¹CompuScope SAC-8012A/PCI, Gage, Montreal, Kanada

¹²Die Abtastfrequenz ist somit gegeben als $f_{sample} = 16384/\Delta t$

5.6 ^{55}Fe -Röntgenquelle

Zur Charakterisierung des in dieser Arbeit vorgestellten Detektors wurde eine gekapselte ^{55}Fe -Röntgenquelle verwendet. Das Eisen-Isotop ^{55}Fe zerfällt mit einer Halbwertszeit von $T_{1/2} = 2,7$ a über Einfang eines Elektrons aus der Elektronenhülle in ^{55}Mn , wobei das Elektron mit 90 % Wahrscheinlichkeit aus der K -Schale stammt. Die freigewordene Position in der K -Schale wird dann durch ein Elektron aus einer höher liegenden Schale aufgefüllt, die Energiedifferenz der beiden Niveaus wird dabei durch Aussendung eines Röntgenquants oder durch Auger-Elektronen freigesetzt. Im Folgenden bildet sich eine Kaskade aus nachrückenden Elektronen aus den höheren Schalen. Das dadurch entstehende Röntgenspektrum von ^{55}Mn wurde vielfach mittels Kristallspektrographie bestimmt [Höl97]. Die dominantesten Linien entstehen durch den Übergang eines L -Elektrons in die K -Schale bei einer Röntgenenergie von 5,9 keV, die sogenannte K_α -Linie, beziehungsweise durch den Übergang eines Elektrons aus der M - in die K -Schale, die sogenannte K_β -Linie mit einer Energie von 6,5 keV, wobei die Intensität der K_α -Linie etwa neunmal größer ist als die der K_β -Linie. In der hier verwendeten Quelle treten auch nur diese beiden Linien auf, da Auger-Elektronen sowie niederenergetische Photonen aus der Röntgenfluoreszenz-Kaskade von der Kapselung der Quelle absorbiert werden.

Der Detektor erfährt durch die hier beschriebene Röntgenquelle eine Ereignisrate von circa 0,5 Bq.

Da der verwendete Detektor keinen Absorber besitzt, ist die Absorptionswahrscheinlichkeit nur durch die Dicke des Sensors bestimmt. Obwohl das entwickelte Kalorimeter für die Detektion von Röntgenquanten im Energiebereich von 100 keV konzipiert wurde, ist es hier nicht sinnvoll, eine Quelle zu verwenden, deren Röntgenquanten solch hohe Energien besitzen. Die Absorptionswahrscheinlichkeit in dem $3\ \mu\text{m}$ hohen Sensor liegt für 100 keV-Photonen bei etwa 25 %, während die Photonen des ^{55}Mn -Spektrums mit annähernd 100 % Wahrscheinlichkeit detektiert werden.

6. Experimentelle Ergebnisse

6.1 Magnetisierung des Sensors

Das in diesem Experiment verwendete magnetische Kalorimeter trägt nur über einem der beiden Mäanderhälften einen Au:Er-Sensor. Daher handelt es sich nicht um einen gradiometrischen Aufbau. Dies hat zur Folge, dass Temperaturänderungen des gesamten Detektor-Chips eine Änderung des SQUID-Signals bewirken. Dieser Aufbau kann somit zur Bestimmung der Temperaturabhängigkeit der Magnetisierung des Sensors verwendet werden.

Da ein Dauerstrom in der mäanderförmigen Detektionsspule des Detektors ein inhomogenes Magnetfeld erzeugt, ist die Magnetisierung des Sensors ortsabhängig und kann daher nicht direkt gemessen werden. Vielmehr wird die Magnetisierungsänderung des Sensors, wie in Kapitel 2.3.3 beschrieben, durch die im Detektor-SQUID entstehende Änderung des magnetischen Flusses nachgewiesen. Zur Vereinfachung wird in diesem Kapitel diese Flussänderung ebenfalls als Magnetisierungsänderung beziehungsweise Magnetisierungssignal bezeichnet. Diese Messung erlaubt Rückschlüsse auf die Sensoreigenschaften sowie auf die Stärke des felderzeugenden Dauerstroms.

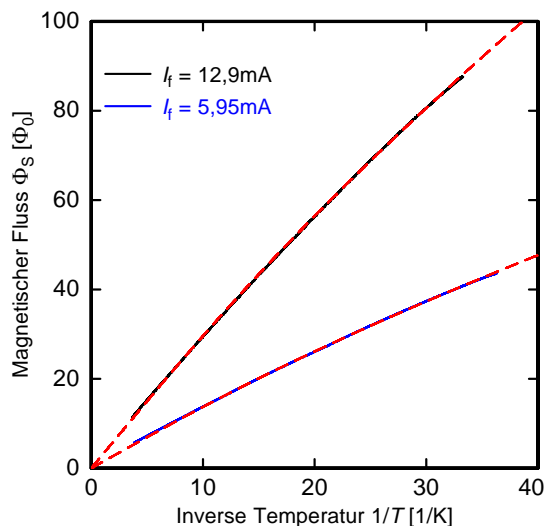


Abb. 6.1: Gemessene Magnetisierungen (durchgezogene Kurven) und zugehörige Theoriekurven (gestrichelt) für zwei verschiedene Dauerströme im Mäander.

In Abbildung 6.1 ist in den durchgezogenen Kurven die Temperaturabhängigkeit der Magnetisierung für zwei verschiedene Dauerströme im Mäander dargestellt. Die gestrichelten Kurven sind an die experimentellen Daten angepasste Theoriekurven.

Diese beschreiben nicht nur das einfache paramagnetische Verhalten der Erbium-Ionen im Sensor sondern berücksichtigen auch die Hyperfeinaufspaltung des Isotops ^{167}Er sowie die in Kapitel 2.2.4 beschriebenen Wechselwirkungen der Erbium-Ionen untereinander, wobei die relative Stärke der RKKY-Wechselwirkung zur Dipol-Dipol-Wechselwirkung als variabler Parameter angenommen wurde. Obwohl die Erbium-Konzentration in dem zur Herstellung der Sensoren verwendeten Au:Er-Sputtertarget 820 ppm beträgt, wird in der theoretischen Berechnung eine Konzentration von nur 775 ppm verwendet. Dies ist gerechtfertigt, da in [Kem07] gezeigt wurde, dass gesputterte Filme aus diesem Target eine reduzierte Erbium-Konzentration aufweisen. Höchstwahrscheinlich ist dies auf Inhomogenitäten der Konzentration im Target zurückzuführen. Bei den einzigen freien Parametern zum Vergleich zwischen experimentellen Daten und Theorie handelt es sich um die Stromstärke des magnetfeld-erzeugenden Dauerstroms I_f und um die relative Stärke der RKKY-Wechselwirkung α . Obwohl die eingespeisten Ströme für die dargestellten experimentellen Kurven 20 mA beziehungsweise 15 mA betragen, lassen sich diese am besten mit den Theoriekurven für 12,8 mA beziehungsweise 5,95 mA und einem Wechselwirkungsparameter von $\alpha = 3$ beschreiben. Diese Feldströme entsprechen mittleren Magnetfeldern von 0,78 mT beziehungsweise 0,36 mT im Sensor. Grund für die Diskrepanz zwischen eingespeistem und tatsächlich eingefrorenem Dauerstrom könnte ein bei Zimmertemperatur beobachteter elektrischer Massenschluss der mäanderförmigen Feldspule sein. Der gegenüber Messungen an Au:Er-Vollmaterial ($\alpha = 5$, [Sch00]) kleiner ausfallende RKKY-Wechselwirkungsparameter von $\alpha = 3$ lässt sich vermutlich dadurch erklären, dass es sich bei dem hier verwendeten Sensor um eine mikrostrukturierte Schicht mit großem elektrischen Restwiderstand handelt. Daher ist die indirekte Wechselwirkung zwischen den Erbium-Ionen über das System der Leitungselektronen im Vergleich zu Au:Er-Vollmaterial mit großem Restwiderstandsverhältnis schwächer ausgeprägt.

6.2 Analyse der Rauschbeiträge

Mit Hilfe eines Spektrum-Analysators¹ wurde die in Abbildung 6.2 gezeigte spektrale Dichte des magnetischen Flussrauschens bei einer Detektortemperatur von 30 mK gemessen. Man erkennt bei Frequenzen oberhalb von 10 kHz den Ansatz eines Plateaus, bei dem das Rauschen $0,8 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$ beträgt. Zur Analyse dieses Plateaus wollen wir zunächst die Beiträge zum weißen Rauschen betrachten.

Das weiße Rauschen des Detektor-SQUIDs besitzt bei einer Temperatur von 4,2 K einen Wert von $1,34 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$. Da dieses durch das Nyquist-Rauschen der Shunt-Widerstände gegeben und sich somit aus Gleichung 3.14 ergibt, lässt sich der Wert

¹SR760 FFT Spectrum Analyzer, Stanford Research Systems, Sunnyvale, CA, USA

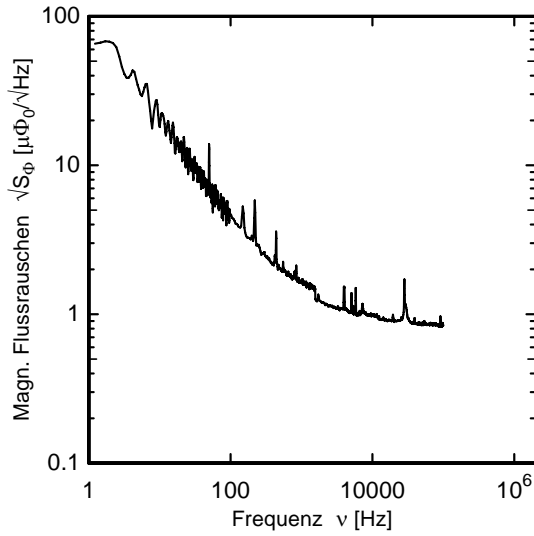


Abb. 6.2: Rauschspektrum des Detektors bei 30 mK und mit einem Feldstrom von 6 mA.

auf tiefe Temperaturen durch Multiplikation mit dem Faktor $\sqrt{T/4,2 \text{ K}}$ skalieren. Es ist jedoch anzunehmen, dass die Shunt-Widerstände des SQUIDs nicht die Temperatur der Experimentierplattform erreichen, da sie von einem Strom durchflossen werden und Leistung dissipieren. Als plausible obere Grenze wollen wir hier annehmen, dass die Shunt-Widerstände nicht kälter als 300 mK werden. Man erhält somit für das weiße Rauschen des Detektor-SQUIDs einen Wert von $\sqrt{S_{\Phi,DS}} = 0,36 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$. Ähnlich verhält es sich mit dem weißen Rauschen des Verstärker-SQUID-Arrays. Bei 4,2 K beträgt es $1,5 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$, der auf 300 mK skalierte Wert liegt bei $0,4 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$. Da zwischen den beiden SQUIDs eine Fluss-zu-Fluss-Verstärkung von $G_{\Phi} = 5,26$ herrscht, übersetzt sich das Verstärker-SQUID-Rauschen in ein scheinbares Rauschen im Detektor-SQUID von $0,07 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$.

Die verwendete SQUID-Elektronik², die zur Verstärkung und zum Auslesen des Signals verwendet wird, trägt ein Spannungsrauschen von $0,33 \text{ nV}/\sqrt{\text{Hz}}$. Dividiert man diesen Wert durch die Steigung der SQUID-Charakteristik im Arbeitspunkt $V_{\Phi,p} = 8,4 \text{ mV}/\Phi_0$, so erhält man ein scheinbares Flussrauschen im Detektor-SQUID von $\sqrt{S_{\Phi,el}} = 0,04 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$.

Der Widerstand $R_g = 0,27 \Omega$ zwischen Detektor-SQUID und Einkoppelspule trägt mit seinem Nyquist-Rauschen ebenfalls zum weißen Rauschen bei und lässt sich durch Multiplikation mit der Gegeninduktivität M_{i2} zwischen Verstärker-SQUID und zugehöriger Einkoppelspule und durch Division durch G_{Φ} berechnen. Bei einer Temperatur von 300 mK beträgt der Beitrag des Widerstands zum scheinbaren Flussrauschen des Detektor-SQUIDs $\sqrt{S_{\Phi,R_g}} = 0,09 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$.

²XXF-1 SQUID Elektronik, Magnicon GbR, Hamburg

Der Sensor trägt nach Gleichung 3.10 ein magnetisches Johnson-Rauschen von $\sqrt{S_{\Phi, \text{J,sens}}} = 0,08 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$ zum Gesamtrauschen im Detektor-SQUID bei. Das magnetische Johnson-Rauschen des Messinghalters sollte aufgrund des gradiometrischen Aufbaus des Detektors nicht im Gesamtrauschen auftauchen. Auch unter der Annahme, dass der Aufbau nicht perfekt gradiometrisch ist, ist das magnetische Johnson-Rauschen des $330 \mu\text{m}$ vom Mäander entfernten und $2,5 \text{ mm}$ dicken Messinghalters im Vergleich zu den anderen weißen Rauschbeiträgen vernachlässigbar klein.

Durch inkohärente Addition dieser Beiträge erhält man ein weißes Rauschen von $0,39 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$. Dieser Wert liegt etwa um einen Faktor 2 unter dem im Experiment beobachteten. Solche Abweichungen wurden bereits in früheren Arbeiten beobachtet [Kem07] [Por07], konnten aber bisher nicht erklärt werden. Möglicherweise sind Resonanzen bei der Josephson-Frequenz und deren höheren Harmonischen Ursache für das starke weiße Rauschen.

Der Anstieg zu kleinen Frequenzen des in Abbildung 6.2 gezeigte Rauschspektrums wird verursacht von den Rauschbeiträgen $S_{\Phi} \propto 1/f$ der SQUIDs und der Erbium-Ionen (siehe Kapitel 3.2.3 und 3.2.2). Da während der Messung dieses Spektrums jedoch ein magnetfelderzeugender Dauerstrom im Mäander vorhanden war, tragen auch die Röntgenphotonen durch die Fouriertransformierte der Punktantwortfunktion zum Anstieg des Rauschens bei. Dieser Beitrag sollte oberhalb einer Abschneidefrequenz, die durch das Inverse der Thermalisierungszeit gegeben ist, eine Frequenzabhängigkeit $S_{\Phi} \propto f^{-2}$ besitzen und sollte das Rauschen bei niedrigen Frequenzen dominieren. Das gemessene Rauschspektrum zeigt jedoch ein Verhalten $S_{\Phi} \propto f^{-1,4}$. In Abbildung 6.3 ist eine weitere Messung des Flussrauschens des Detektorsignals dargestellt, wobei in diesem Fall kein felderzeugender Strom im Mäander floss. Daher sind hier keine Pulse vorhanden und die Steigung des Rauschens bei tiefen Frequenzen in doppeltlogarithmischer Darstellung ist geringer. Die rote Kurve beschreibt das auf früheren Messungen [Fle03] mit zylindrischen Sensoren basierende erwartete Verhalten $S_{\Phi} \propto f^{-1}$ wobei für diese Kurve das weiße Rauschen an die gemessenen Daten angepasst wurde. Wie man sieht, ist die gemessene Frequenzabhängigkeit mit $S_{\Phi} \propto f^{-0,76}$ erneut schwächer als erwartet. Allerdings liegt das Rauschen bei 1 Hz mit $20 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$ etwa $5 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$ über dem erwarteten Wert, der sich aus der inkohärenten Summe der $1/f$ -Rauschen der Erbium-Ionen und der SQUIDs ergibt, wobei für das SQUID-Rauschen der Wert von $4,2 \text{ K}$ verwendet wurde.

Eine Frequenzabhängigkeit des magnetischen Flussrauschens, die schwächer ist als $S_{\Phi} \propto f^{-1}$, wurde auch in anderen Experimenten beobachtet, ist jedoch noch nicht völlig verstanden. Möglicherweise liegt die Ursache dafür in der Magnetfeldverteilung im Sensor. Da das durch den Dauerstrom im Mäander erzeugte Magnetfeld im Sensor hochgradig inhomogen ist und außerdem senkrecht zur Mäanderebene exponentiell abnimmt, sind die verschiedenen Bereiche des Sensors nicht gleichberechtigt. Ein

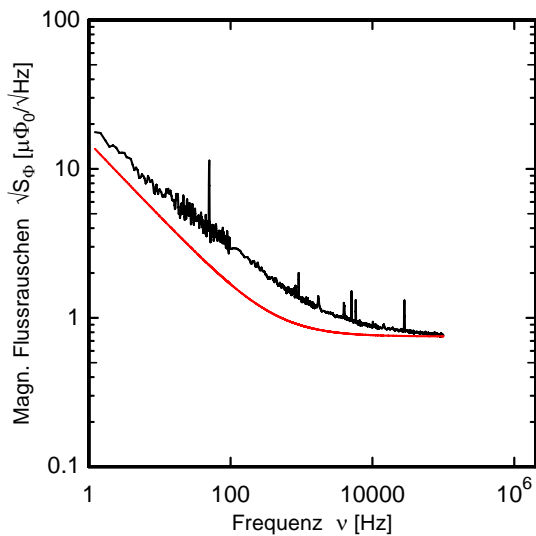


Abb. 6.3: Rauschspektrum des Detektors bei 30 mK ohne Feldstrom. Die rote Kurve stellt den theoretischen Verlauf bei niedrigen Frequenzen dar.

Erbium-Ion verursacht somit bei einer Umorientierung in der Detektionsspule je nach seiner Position im Sensor unterschiedliches Flussrauschen. Eine weitere Begründung könnte ein zusätzlicher Beitrag zum magnetischen Flussrauschen durch magnetische Momente in den isolierenden Schichten (Nb-Oxid, Si-Oxid) um den Mäander sein. Diese Hypothese könnte durch zukünftige Messungen an einem Doppelmäander ohne Au:Er-Sensor untersucht werden.

6.3 Röntgenspektroskopie

Um die Energieauflösung des verwendeten magnetischen Kalorimeters zu bestimmen, wurde ein Spektrum der in Kapitel 5.6 vorgestellten ^{55}Fe -Röntgenquelle aufgenommen. Die Temperatur des Detektors betrug hierbei 30 mK und der felderzeugende Dauerstrom im Mäander besaß eine Stromstärke von 12,9 mA. Es wurden etwa 2000 Pulse aufgenommen und nach der in Kapitel 5.5 erwähnten χ^2 -Methode eine Energie zugeordnet. Der Musterpuls wurde hierbei aus der Mittelung mehrerer Einzelpulse erstellt. Außerdem wurden etwa 500 Ruhesignale gespeichert. Diesen kann eine Energie zugeteilt werden, in dem man Ruhesignal und Musterpuls addiert und anschließend mit dem Musterpuls vergleicht. Das resultierende ^{55}Mn -Spektrum im Energiebereich von 0 keV bis 7 keV ist in Abbildung 6.4 zu sehen.

Man erkennt mehrere Linien, die im Folgenden erläutert werden sollen. Die Linie bei 0 keV stellt die Energieverteilung der Ruhesignale dar. Die breite Verteilung um 2,2 keV stammt von sogenannten Substratpulsen. Es handelt sich hierbei um die Signale, die von Photonen erzeugt werden, die nicht im Sensor sondern im umliegenden Substrat absorbiert werden. Da diese zu einer Temperaturerhöhung im Substrat führen, die dann eine Erwärmung des Sensors bewirkt, verursachen diese Photonen eine

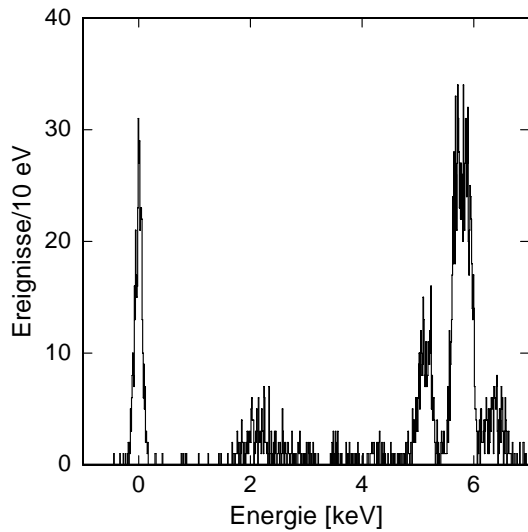


Abb. 6.4: Aufgenommenes Energiespektrum bei 30 mK und 12,9 mA.

Punktantwort des Detektors. Jedoch wird den Substratpulsen eine geringere Energie zugeordnet, da ein Teil der Photonenenergie direkt vom Substrat in das Wärmebad fließt und nie vom Sensor registriert wird. Außerdem kommt es zu einer breiten Verteilung der zugeordneten Energie, da der Anteil der Wärme, die in den Sensor fließt, variiert.

Im Bereich zwischen 4,5 keV und 7 keV würde man eigentlich nur zwei Linien, die K_α -Linie bei 5,9 keV und K_β bei 6,5 keV, erwarten. Abbildung 6.5 links zeigt diesen Bereich vergrößert. Es ist deutlich zu erkennen, dass zusätzliche Linien vorhanden sind. Wie in Kapitel 5.3.1 erwähnt und in Abbildung 6.5 rechts skizziert, wurde auf drei Positionen des Sensors kollimiert. Da ein Ende des Sensors über den Au:Er-Thermalisierungssteg mit dem Wärmebad-Balken verbunden ist, kann an dieser Stelle die deponierte Wärme schneller abfließen als am anderen Ende. Dies führt zu einem unterschiedlichen Thermalisierungsverhalten, wie in Kapitel 6.4.1 noch diskutiert wird. Daher erscheinen Photonen, die an der Position A im Sensor absorbiert werden, bei geringerer Energie als solche, die Loch B oder C durchquert haben. Die Energieverteilung in dem dargestellten Bereich lässt sich somit durch die Summe aus sechs Gauß-Funktionen beschreiben, die einem dreifachen Auftreten von K_α und K_β entsprechen. Intensität und Position der K_β -Linie wurden hierbei aus Skalierung (in y -Richtung) und Verschiebung (in x -Richtung) der zugehörigen K_α -Linie bestimmt.

Betrachtet man die verschiedenen Positionen getrennt voneinander, was wie wir in Kapitel 6.4.1 noch sehen werden aufgrund der unterschiedlichen Pulsformen möglich ist, so erhält man für A eine Energieauflösung von $\Delta E_{\text{FWHM,A}} = 295$ eV. Die volle Breite auf halber Höhe der Linie der Position B beträgt $\Delta E_{\text{FWHM,B}} = 195$ eV, die der Position C ebenfalls $\Delta E_{\text{FWHM,C}} = 195$ eV. Betrachtet man die in Abbildung 6.6 dargestellte Verteilung der Ruhesignale, so ergibt sich durch Anpassen einer Gauß-

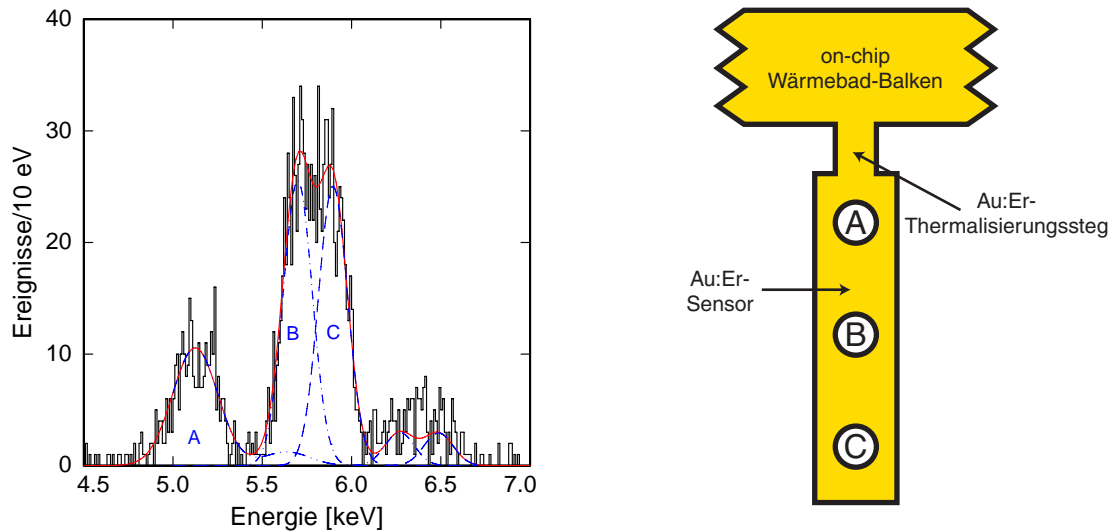


Abb. 6.5: Links: Ausschnitt des Energiespektrums im Bereich von 4,5 keV bis 7 keV. Die blauen gestrichelten Kurven sind Summen aus jeweils zwei Gauß-Funktionen, die K_α und K_β einer Sensorposition entsprechen. Die rote Kurve stellt die Summe aller sechs Gauß-Funktionen dar. **Rechts:** Schematische Darstellung der Kollimation auf den Sensor. Die verschiedenen Positionen seien mit A, B und C bezeichnet.

Verteilung eine Energieauflösung von $\Delta E_{\text{FWHM}} = 150$ eV. Dies stellt den Beitrag zur Linienbreite dar, der durch das im Detektorsignal enthaltene Rauschen und durch die Form der Detektorsignale bei der Absorption von Röntgenquanten verursacht wird. Dass die aus den Spektrallinien berechneten Auflösungen schlechter sind als die der Ruhesignale lässt sich auf zwei Ursachen zurückführen. Da die Amplituden der Pulse stark von der Arbeitstemperatur des Detektors abhängen, führen zu Variationen der Amplituden. Nimmt man an, dass sich die Temperaturschwankungen im Bereich $\Delta T/T \leq 0,5\%$ bewegen, so erhält man einen Beitrag von 30 eV zur Energieauflösung. Zum anderen tritt auch innerhalb einer Kollimationsfläche A, B oder C eine Positionsabhängigkeit der Energie auf. Aufgrund der beobachteten Linienbreiten ist anzunehmen, dass der Beitrag der Positionsabhängigkeit zur Linienbreite des Detektors etwa $\Delta E_{\text{FWHM}} = 120$ eV für die Kollimatorlöcher B und C, und $\Delta E_{\text{FWHM}} = 250$ eV für die Position A beträgt.

Obwohl die Kollimatorlöcher annähernd äquidistant über die Länge des Sensors verteilt sind, sind die Signalamplituden der K_α -Linien, die den verschiedenen Kollimatorlöchern zugeordnet werden können, nicht äquidistant. Numerische Simulationen der Wärmediffusion im Sensor zeigten jedoch, dass der Einfluss des Au:Er-Steges auf die den Pulsen zugeordnete Energie nahe am Steg (Loch A) wesentlich stärker ausgeprägt ist als weit davon entfernt (Loch B und C). Dies erklärt auch, warum der Beitrag der Positionsabhängigkeit zur Energieauflösung für Kollimatorloch A

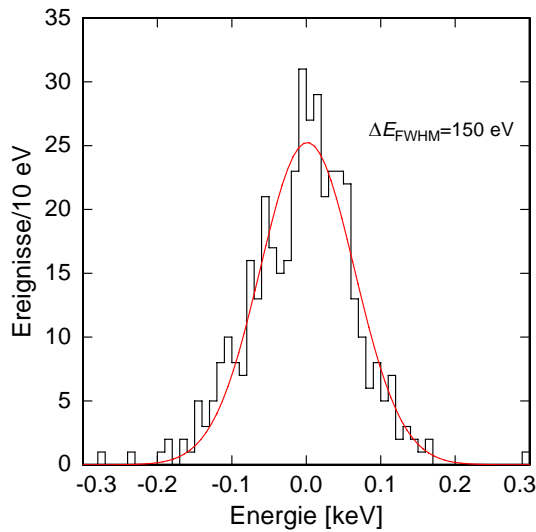


Abb. 6.6: Verteilung der Ruhesignale.

wesentlich größer ist als in den Bereichen B und C.

Wie in Kapitel 6.4.1 gezeigt wird, lassen sich die Signale als Summe dreier Exponentialfunktionen mit verschiedenen Zerfallszeiten beschreiben. Die kürzeste Abfallszeit wird von einem Wärmefluss vom System der magnetischen Momente und der Leitungselektronen in das System der Kernquadrupolmomente von Gold verursacht und ist daher unabhängig von der Position, bei der das Photon absorbiert wurde. Verwendet man im Algorithmus, der jedem pulsformigen Detektorsignal durch Anpassung eines Referenzpulses eine Energie zuordnet, nur ein kurzes Zeitintervall, welches dem Signalanstieg und der ersten Abfallszeit entspricht, so lässt sich die Positionsabhängigkeit des Detektors reduzieren. Das Ergebnis einer solchen gewichteten Energiezuordnung, bei der das Zeitfenster auf $\pm 0,8 \text{ ms}$ um den Triggerzeitpunkt eingeschränkt wurde, ist im linken Diagramm in Abbildung 6.7 dargestellt. Die Energieauflösung der K_α -Linie beträgt hier $\Delta E_{FWHM} = 310 \text{ eV}$. Die Verteilung der Ruhesignale ist in dem rechten Diagramm dargestellt und besitzt eine Halbwertsbreite von $\Delta E_{FWHM} = 180 \text{ eV}$. Die Energieauflösung verschlechtert sich also, wenn man nur ein kurzes Zeitintervall der Pulse für die Energiezuordnung verwendet. Der Grund dafür liegt darin, dass der Einfluss mittel- und hochfrequenter Rauschbeiträge in kürzeren Zeitfenstern stärker ausprägt ist. Das hier gewählte Zeitfenster von etwa $1,6 \text{ ms}$ stellt einen empirisch gefundenen, ausgewogenen Kompromiss zwischen Eliminierung der Positionsabhängigkeit und möglichst guter Energieauflösung dar.

Die hier beobachtete Energieauflösung weicht stark von dem in Kapitel 3.3 optimierten Wert ab. Allerdings handelt es sich bei dem hier diskutierten Detektor um einen leicht veränderten Aufbau, da er keinen Absorber und abweichende Betriebsparameter besitzt. Für einen Detektor ohne Absorber und mit einem Feldstrom von $12,9 \text{ mA}$ erwartet man bei einer Temperatur von 30 mK und einer ange-

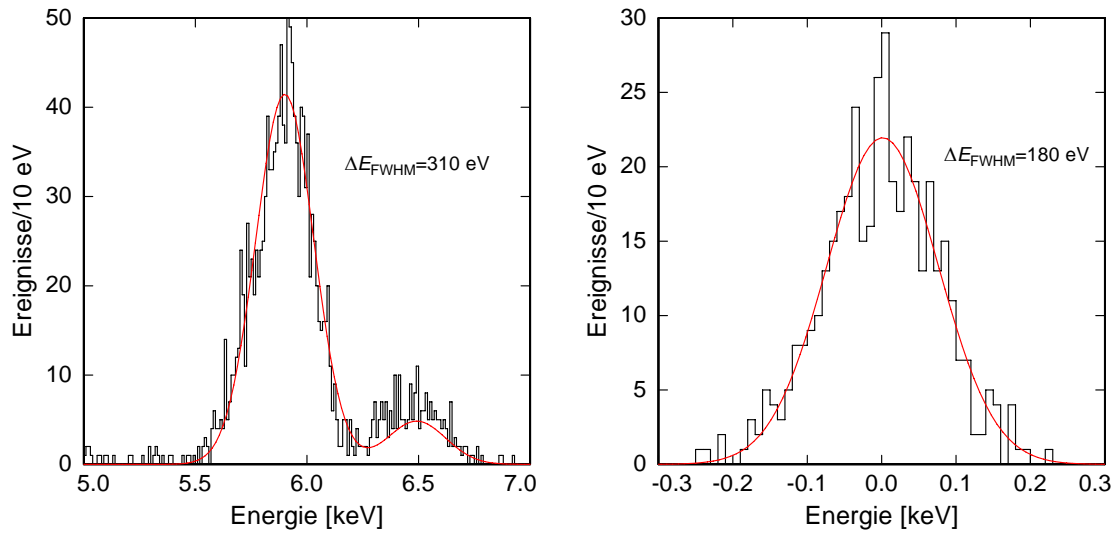


Abb. 6.7: Energiespektrum, wenn das Zeitfenster bei der Energiezuordnung auf $\pm 0,8$ ms um den Triggerzeitpunkt eingeschränkt wird. **Links:** Bereich von 5 keV bis 7 keV. **Rechts:** Verteilung der Ruhesignale.

nommenen Thermalisierungszeit von 10 ms eine theoretische Energieauflösung von $\Delta E_{\text{FWHM}} = 37$ eV, wenn man die bei der Optimierung verwendeten SQUID-Parameter beibehält. Passt man jedoch das weiße Rauschen des SQUIDs an das in Kapitel 6.2 beobachtete Level von $0,8 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$ an, so verschlechtert sich die Energieauflösung zu 44 eV. Eine Erhöhung des $1/f$ -Rauschens des SQUIDs in der Berechnung auf $\sqrt{S_\Phi} = 10 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$ bei $f = 1$ Hz führt zu einem Wert von $\Delta E_{\text{FWHM}} = 52$ eV. Berücksichtigt man des weiteren, dass bei dieser Berechnung eine Thermalisierungszeit von 10 ms betrachtet wurde während im obigen Experiment nur ein Zeitintervall von etwa 0,8 ms nach dem Triggerzeitpunkt zur Energiezuordnung verwendet wird, erhöht sich die theoretische Energieauflösung etwa um einen Faktor $\sqrt{10/0,8} \approx 3$ und man erhält $\Delta E_{\text{theo}} \approx 160$ eV. Der auf diese Weise abgeschätzte Wert für die erwartete durch das Rauschen verursachte Linienbreite des Detektors stimmt hinreichend gut mit der in Abbildung 6.7 rechts gezeigten Breite der Energieverteilung der Ruhesignale überein.

Abschließend sollte angemerkt werden, dass die hier diskutierte Positionsabhängigkeit der Pulsform in einem Detektor mit $200 \mu\text{m}$ dicken Goldabsorbern nicht auftreten sollte. In solch einem Aufbau würde sich die Wärme zunächst über ein großes Absorbervolumen verteilen und dann über fast die gesamte Kontaktfläche in den Sensor fließen. Es handelt sich in diesem Fall also nicht um einen punktförmigen Wärmeeintrag sondern um eine annähernd homogene Erwärmung des Sensors.

6.4 Analyse der Signalform und -größe

6.4.1 Signalform

Nach Absorption eines Röntgenquants im Sensor verteilt sich die deponierte Energie zunächst auf das System der Phononen und auf das der Leitungselektronen des Sensormaterials Au:Er. Anschließend thermalisieren die Spins, wodurch es zu einer Verringerung der Magnetisierung kommt. Die Thermalisierungszeit τ ist hierbei gegeben durch die Korringa-Beziehung $\tau = \kappa/T_e$, wobei κ die Korringa-Konstante und T_e die Temperatur der Leitungselektronen bezeichnet. Für Au:Er beträgt $\kappa = 7 \cdot 10^{-9}$ Ks [Sjö75], was im hier relevanten Temperaturbereich zu einer Spinrelaxationszeit und damit zu einer Signalanstiegszeit von $\tau_0 < 1 \mu\text{s}$ führt. In den hier diskutierten Experimenten verlief das Signal jedoch typischerweise durch einen Anti-Aliasing-Tiefpassfilter mit einer Grenzfrequenz von 10 kHz. Dieser hat eine langsamere Signalanstiegszeit von etwa $30 \mu\text{s}$ zur Folge.

Der Abfall des Signals lässt sich durch eine Summe dreier Exponentialfunktionen

$$\delta\Phi_S(t) = a_1 e^{-t/\tau_1} + a_2 e^{-t/\tau_2} + a_3 e^{-t/\tau_3} \quad (6.1)$$

mit Amplituden a_1, a_2, a_3 und Zeitkonstanten τ_1, τ_2, τ_3 beschreiben.

Die Exponentialfunktion mit der kürzesten Zeitkonstante τ_1 entsteht durch die Thermalisierung mit den Quadrupolmomenten der Gold-Atomkerne. Die Zeitkonstante dieses Relaxationsprozesses beträgt etwa $300 \mu\text{s}$ und zeigt keine erkennbare Temperaturabhängigkeit. Im Gegensatz zu den Ergebnissen aus [Sch00] konnte in den hier diskutierten Experimenten keine deutliche Magnetfeldabhängigkeit dieser Relaxationszeit beobachtet werden. Die Ursache dafür könnte zum einen darin liegen, dass die beiden felderzeugenden Ströme von 12,9 mA und 5,95 mA vergleichsweise schwache Magnetfelder erzeugen. Zum anderen sind die beobachteten Pulse verhältnismäßig stark verrauscht, so dass τ_1 nicht mit der nötigen Genauigkeit bestimmt werden kann. Bei Temperaturen über 50 mK wird dieser schnelle Abfall sogar vollständig vom Rauschen überdeckt.

Die zweite und dritte Exponentialfunktion beschreiben den verhältnismäßig komplizierten Wärmefluss vom Sensor zum Wärmebad, das durch den Messinghalter gebildet wird. Im hier diskutierten Detektor wird dieser Wärmefluss zum einen von Phononen getragen, die vom Au:Er-Sensor durch das Silizium-Substrat in den Messinghalter fließen. Der thermische Widerstand dieses Prozesses sollte durch den Kapitza-Widerstand an der Grenzfläche zwischen Au:Er-Sensor und Silizium-Substrat dominiert werden. Er wird verursacht durch den Sprung der akustischen Impedanz an der Grenzfläche und führt zu einer Wärmeleitfähigkeit

$$G_K = g_K A T^3 . \quad (6.2)$$

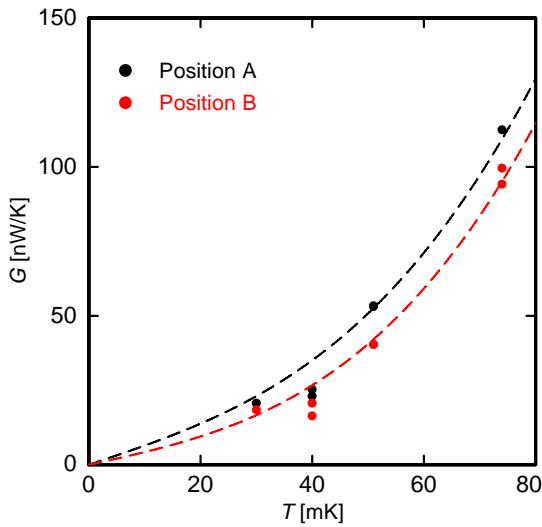


Abb. 6.8: Temperaturabhängigkeit des Wärmeleitfähigkeit G_{ges} . Die Punkte stellen die aus den Signalformen berechneten Werte dar. Die gestrichelten Kurven stellen an die Daten angepasste Kurven wie im Text beschrieben dar.

In [For93] wird für den Vorfaktor g_K im Falle des Kontakts zwischen Gold und Silizium ein berechneter Wert von $690 \text{ WK}^{-4}\text{m}^{-2}$ angegeben.

Des weiteren besitzt der Sensor die Möglichkeit über Leitungselektronen mit dem Wärmebad zu thermalisieren. Das hierbei auftretende Thermalisierungsverhalten ist jedoch verhältnismäßig komplex, da sich die Wärme diffusiv durch den Au:Er-Sensor, den Au:Er-Thermalisierungssteg, den Au:Er-Balken und die Goldbonddrähte zum Wärmebad hin ausbreitet. Die Wärmeleitfähigkeit dieser thermischen Verbindung zum Bad kann über das Wiedemann-Franz-Gesetz aus dem elektrischen Restwiderstand von Au:Er abgeschätzt werden und ist proportional zur Temperatur.

Die Gesamtwärmeleitfähigkeit zwischen Sensor und Wärmebad kann aus den gemessenen Pulsformen über

$$G_{\text{ges}} = \frac{\delta E}{\int \delta T(t) dt} = \frac{\delta E}{\int \delta \Phi_S(t) dt / \frac{d\Phi_S}{dT}} \quad (6.3)$$

berechnet werden, wobei δE den Energieeintrag, $\delta T(t)$ den zeitlichen Verlauf der Temperaturänderung des Sensors und $\delta \Phi_S(t)$ den des magnetischen Flusses im SQUID bezeichnet.

Abbildung 6.8 zeigt die aus den Detektorsignalen berechnete Gesamtwärmeleitfähigkeit in Abhängigkeit von der Detektortemperatur für Ereignisse, die durch die Kollimatoröffnungen A beziehungsweise B auf den Sensor trafen. Es ist zu erkennen, dass die Wärmeleitfähigkeit zu hohen Temperaturen zunimmt, und dass sie für Ereignisse von Kollimatorloch A größer ist als diejenige von B. Dieser Unterschied ist auf die unterschiedliche Diffusionsstrecke im Sensor zurückzuführen. Die Daten lassen sich gut durch die Summe eines Beitrags mit linearer und eines mit kubischer

Temperaturabhängigkeit,

$$G_{\text{ges}} = G_e + G_K = g_e T + g_K A T^3, \quad (6.4)$$

beschreiben. Dieser Zusammenhang ist in Abbildung 6.8 durch gestrichelte Linien dargestellt. Für die Vorfaktoren des linearen Terms wurden hierbei Werte von $g_{e,A} = 630 \text{ nW/K}^2$ für die Ereignisse der Kollimatorposition A und $g_{e,B} = 410 \text{ nW/K}^2$ für die Kollimatorposition B verwendet. Diese wurden unter Berücksichtigung der Geometrie der Au:Er-Strukturen, eines Restwiderstandsverhältnisses des verwendeten Au:Er von $RRR = 1$ und unter Verwendung des Wiedemann-Franz-Gesetzes berechnet.

Um eine gute Übereinstimmung mit der gemessenen Wärmeleitfähigkeit zu erreichen, wurde für den Vorfaktor des kubischen Beitrags für beide Kollimatorpositionen ein Wert von $g_K A = 180 \text{ WK}^{-4} \text{m}^{-2} \times 1 \text{ mm}^2$ verwendet. Dieser ist etwa um einen Faktor vier kleiner als der in [For93] erwähnte, berechnete Wert. Eine Abweichung dieser Größenordnung zwischen gemessenen und aus dem Acoustic-Mismatch-Modell berechneten Kapitza-Widerständen ist nicht sonderlich verwunderlich und ist häufig in der Literatur beschrieben [Hol66]. Meist wird der erhöhte Kapitza-Widerstand durch schwer modellierbare Details der Grenzfläche erklärt [Swa89]. Im hier betrachteten Fall ist die Grenzfläche vergleichsweise komplex aufgebaut, da Silizium-Substrat und Au:Er-Sensor durch die thermische Oxidschicht des Wafers (200 nm), den Niob-Mäander (400 nm) und durch die gesputterte SiO_2 -Schicht (250 nm) getrennt sind.

Zum Abschluss dieses Abschnitts wollen wir noch einmal auf die Positionsabhängigkeit der Wärmeleitfähigkeit zwischen der Sensorpositionen, bei der das Photon absorbiert wird, und dem Wärmebad zurückkommen. Der Unterschied in der Diffusionsstrecke zwischen zwei verschiedenen Sensorpositionen, der diese unterschiedliche Wärmeleitfähigkeit verursacht, wird besonders deutlich, wenn man die zeitliche Entwicklung der zugehörigen Detektorsignale vergleicht.

Abbildung 6.9 zeigt gemittelte K_α -Pulse, die von Röntgenquanten an den Orten A und B verursacht werden. Im linken Diagramm sind solche Pulse für eine Arbeitstemperatur des Detektors von 30 mK dargestellt. Man erkennt ein deutlich unterschiedliches Thermalisierungsverhalten für die beiden Sensorpositionen, auf die kollimiert wurde. Die zweite Abfallszeit τ_2 ist für die Position B etwa 20 % länger als für A. Ein Vergleich der Zeitkonstanten τ_3 ist an dieser Stelle nur bedingt möglich, da diese etwa der Länge des aufgezeichneten Zeitfensters entspricht und da somit nur ein kleiner Teil des durch diese Zeitkonstante beschriebenen Zerfalls beobachtet wird.

Im Falle der im rechten Diagramm dargestellten Pulse, die bei einer Temperatur von 74 mK aufgenommen wurden, erkennt man nur geringe Unterschiede im Thermalisierungsverhalten zwischen Position A und Position B. Da bei der Betrachtung

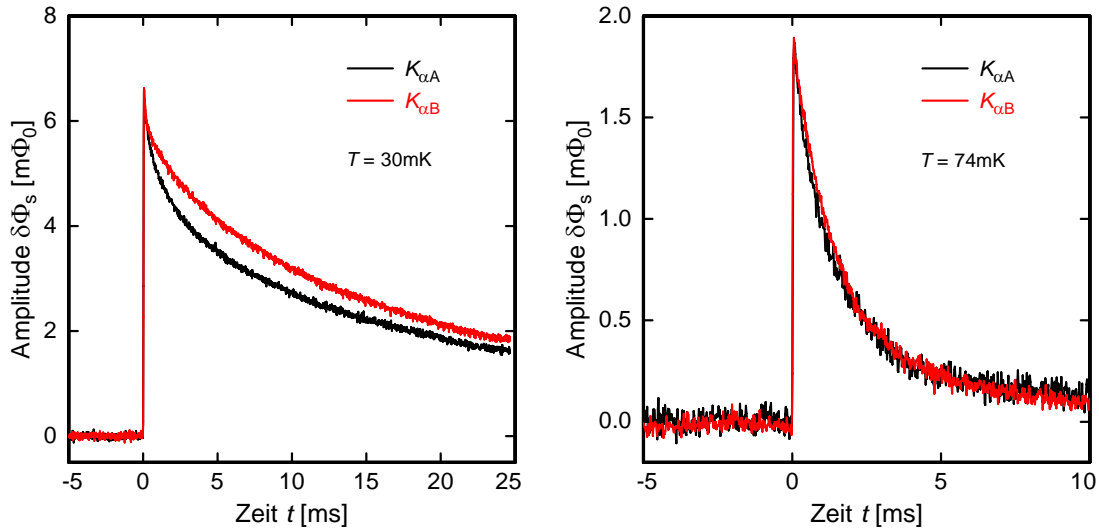


Abb. 6.9: Gemittelte K_α -Pulse, die den Kollimatorlöchern A und B zugeordnet werden können, für $T = 30 \text{ mK}$ (links) beziehungsweise $T = 74 \text{ mK}$ (rechts). Man beachte die unterschiedliche Skalierung der Achsen.

der Wärmeleitfähigkeit nur für den linearen Term, der den elektronischen Wärmefluss beschreibt, eine Positionsabhängigkeit zu erwarten ist, bei Temperaturen über 50 mK dagegen die phononische Wärmeleitung überwiegt, lässt sich die positionsunabhängige Pulsform verstehen.

Bei Temperaturen deutlich über 50 mK wird die Thermalisierung des Sensors mit dem Bad demnach maßgeblich vom Phononenfluss durch das Silizium-Substrat bestimmt. Dieser sollte nahezu unabhängig vom Ort sein, an dem die Energie des Röntgenquants im Sensor deponiert wurde. Daher verschwindet die Positionsabhängigkeit der Pulsform im Limes hoher Temperaturen.

6.4.2 Signalgröße

Wie in Abschnitt 2.3.3 diskutiert, hängt die Flussänderung $\delta\Phi_S$ im SQUID, die durch Absorption eines Photons der Energie δE verursacht wird, von der Temperaturabhängigkeit der Magnetisierung $\partial M/\partial T$, von der Wärmekapazität des Sensors C_{sens} und von geometrischen Größen des Detektors ab. Bei der Diskussion der Magnetisierungsmessungen in Abschnitt 6.1 haben wir bereits gesehen, dass die gemessenen Daten sehr gut mit dem numerisch berechneten Temperaturverlauf übereinstimmen. Daher entspricht die Analyse der Signalgröße nach einer Energiedeposition einer indirekten Messung der Wärmekapazität des Sensors.

Abbildung 6.10 zeigt als Punkte die auf die Energie normierte Flussänderung

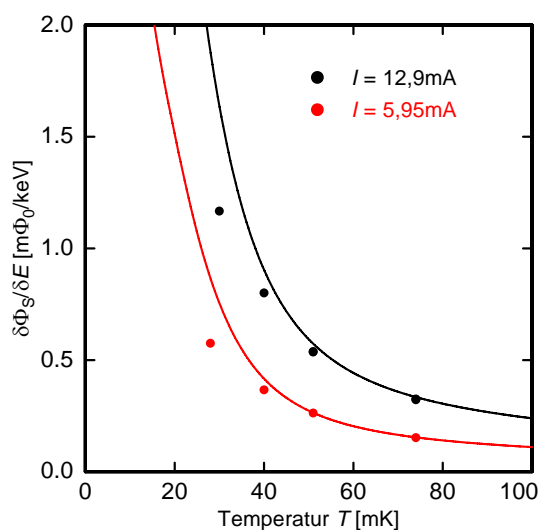


Abb. 6.10: Temperaturabhängigkeit der Signalgröße $d\Phi_S/dE$. Die Punkte zeigen die gemessenen Daten, die durchgezogenen Kurven die theoretische Erwartung.

im SQUID, $\delta\Phi_S/\delta E$, die aus dem Maximum $\delta\Phi_S$ der Signalpulse bestimmt wurde. Hierbei wurden jeweils die Pulsformen, die zu K_α -Photonen gehören und durch die Kollimatoröffnung B auf den Sensor trafen, für die Bestimmung der Pulshöhen verwendet. Die Messdaten wurden für zwei verschiedene Feldströme bei jeweils vier Temperaturen aufgezeichnet. Die durchgezogenen Kurven stellen die über Gleichung 2.29 berechnete Temperaturabhängigkeit der Signalgröße dar.

Man kann erkennen, dass bei Temperaturen über 50 mK eine sehr gute Übereinstimmung zwischen Theorie und gemessenen Daten besteht. Wie bereits erwähnt, bedeutet dies, dass in diesem Temperaturbereich die Wärmekapazität des Sensors sehr gut mit der erwarteten Wärmekapazität übereinstimmt. Zu tiefen Temperaturen hin steigt die gemessene Signalgröße jedoch weniger stark an als erwartet. Die verringerte Signalgröße, die auch in früheren Arbeiten ([Kem07]) beobachtet werden konnte, spricht somit für die Anwesenheit einer zusätzlichen Wärmekapazität, deren Beitrag zu tiefen Temperaturen hin zunimmt. Ursache für dieses zusätzliche thermodynamische System könnten Atomkerne von Gold-Atomen sein, die sich auf Gitterplätzen mit nicht-perfekter kubischer Symmetrie befinden und somit eine Kernquadrupolaufspaltung erfahren. Des weiteren könnten magnetische Verunreinigungen in thermisch gut mit dem Sensor verbundenen Schichten des mikrostrukturierten Detektors eine zu tiefen Temperaturen ansteigende Wärmekapazität verursachen. Um die tatsächliche Ursache für diesen zusätzlichen Beitrag zur Wärmekapazität zu klären, werden jedoch weitere Experimente nötig sein.

7. Zusammenfassung und Ausblick

In der hier vorgestellten Arbeit wurde ein Prototyp eines Arrays von metallischen magnetischen Kalorimetern für die hochauflösende Röntgenfluoreszenz-Spektroskopie von hochgeladenen Ionen entwickelt und charakterisiert. Metallische magnetische Kalorimeter werden bei Temperaturen zwischen 10 mK und 100 mK betrieben und verwenden als Detektionsprinzip die Umwandlung eines Energieeintrags in eine Temperatur- und schließlich in eine Magnetisierungsänderung eines paramagnetischen Sensors. Diese Magnetisierungsänderung induziert einen Strom in einer supraleitenden Detektionsspule, welcher mittels eines rauscharmen zweistufigen dc-SQUID-Magnetometers registriert wird. Hierzu wird zunächst der Strom in der Detektionsspule über einen supraleitenden Flusstransformator in das primäre SQUID eingekoppelt und anschließend dessen Ausgangssignal durch ein sekundäres SQUID verstärkt und mit einer geeigneten Elektronik bei Zimmertemperatur ausgelesen.

Zur der Messung der Lamb-Verschiebung in wasserstoffähnlichem Uran, U^{91+} , müssen Röntgenphotonen mit einer Energie von etwa 100 keV detektiert werden. Um diese mit einer Wahrscheinlichkeit von etwa 85 % nachzuweisen, benötigt man Goldabsorber mit einer Dicke von etwa $200 \mu\text{m}$. Die Grundfläche eines Absorbers sollte 1 mm^2 betragen. Basierend auf dieser Voraussetzung wurden über eine numerische Optimierungsrechnung die übrigen Komponenten des Detektors wie die Sensorgeometrie, die Erbium-Konzentration im Sensor und die Stromstärke des felderzeugenden Stroms ermittelt, für die die Linienbreite des Detektors minimal wird. Der auf diese Weise gefundene optimierte Detektor sollte bei einer Arbeitstemperatur von 30 mK eine Energieauflösung von $\Delta E_{\text{FWHM}} = 50 \text{ eV}$ besitzen.

Basierend auf dem Ergebnis dieser Optimierungsrechnung wurde ein Detektorprototyp entwickelt, der aus vier unabhängigen gradiometrisch aufgebauten Kalorimetern besteht, die zusammen eine effektive Detektionsfläche von 8 mm^2 besitzen und ein lineares Array aus acht Pixeln bilden. Die Detektor-Arrays wurden auf Silizium-Substraten mikrostrukturiert, wobei die Goldabsorber über galvanische Abscheidung hergestellt wurden. Da die Haftung der galvanisierten Goldstrukturen nicht ausreichend war, konnte jedoch kein funktionsfähiger Detektor mit Goldabsorber produziert werden. Daher wurde die Charakterisierung des entwickelten Detektordesigns anhand eines Chips durchgeführt, bei dem der $3 \mu\text{m}$ hohe Au:Er-Sensor auch als Absorber fungierte.

Zur Charakterisierung des Detektors wurde die Temperaturabhängigkeit der Magnetisierung bestimmt. Ein Vergleich mit numerischen Simulationen, die sowohl die Wechselwirkungen der Erbium-Ionen untereinander als auch den Einfluss des kern-

spinbehafteten Erbium-Isotops ^{167}Er berücksichtigen, zeigt eine sehr gute Übereinstimmung im gesamten gemessenen Temperaturbereich von 28 mK bis 300 mK, wenn man für die relative Stärke der RKKY-Wechselwirkung im Vergleich zur Dipol-Dipol-Wechselwirkung einen Wechselwirkungsparameter von $\alpha = 3$ annimmt.

Des Weiteren fand unter Verwendung einer ^{55}Fe -Röntgenquelle und eines Kollimators, der die Strahlung auf drei Positionen des Sensors kollimiert, eine Untersuchung der Detektorsignalformen statt. Bei tiefen Temperaturen wurde eine Positionsabhängigkeit in den Pulsformen beobachtet, die durch die Verbindung des Sensors über einen Au:Er-Thermalisierungssteg mit dem Wärmebad hervorgerufen wird. Diese Positionsabhängigkeit macht sich auch im aufgezeichneten Röntgenspektrum von ^{55}Mn durch ein dreifaches Auftreten der charakteristischen Linien bemerkbar. Da die unterschiedliche Form der Pulse erst 2 – 3 ms nach dem Signalanstieg besonders ausgeprägt ist, kann durch Verkürzung des betrachteten Zeitfensters auf $\pm 0,8$ ms um den Triggerzeitpunkt die Positionsabhängigkeit eliminiert und somit das Spektrum korrigiert werden. Die aus der Form der nachgewiesenen K_α -Linie von ^{55}Mn abgeleitete Linienbreite des Detektors bei einer Energie von 5,9 keV betrug $\Delta E_{\text{FWHM}} = 310$ eV. Aufgrund der Positionsabhängigkeit ist diese Linienbreite größer als die intrinsische Energieauflösung $\Delta E_{\text{FWHM}} = 180$ eV, die durch das im Detektorsignal enthaltene Rauschen und durch die Signalform gegeben ist. Der hier ermittelte Wert weicht stark von der angestrebten, optimalen Energieauflösung $\Delta E_{\text{opt}} = 50$ eV ab, da im hier diskutierten Experiment der felderzeugende Dauerstrom in der supraleitenden Detektionsspule aufgrund eines unvorhergesehenen Massekontakts auf Werte limitiert war, die um etwa einen Faktor acht kleiner waren als der optimale Strom.

Da benachbarte Sensoren auf dem Chip nur einen Abstand von $50 \mu\text{m}$ besitzen und zusätzlich über ein chipinternes Wärmebad in gutem thermischen Kontakt zueinander stehen, ist bei der gleichzeitigen Verwendung mehrerer Pixel ein magnetisches und thermisches Übersprechen der Signale, wie in [Sch07] beobachtet, zu erwarten. Wie ausgeprägt dieser Effekt in dem hier beschriebenen Chipdesign ist und wie er verringert werden kann, gilt es in Zukunft zu untersuchen.

Im Rahmen dieser Arbeit konnte gezeigt werden, dass sich metallische magnetische Kalorimeter als Arrays herstellen lassen, wobei die Produktion der galvanisierten Goldabsorber noch verbessert werden muss. Bereits der Prototyp des vorgestellten Detektors besitzt eine bessere Energieauflösung als typische Halbleiterdetektoren, die zur Zeit bei spektroskopischen Messungen an hochgeladenen Ionen eingesetzt werden. Es ist abzusehen, dass in zukünftigen Experimenten der felderzeugende Strom in der Detektionsspule auf den optimalen Wert erhöht und somit die Energieauflösung des Detektors auf $\Delta E_{\text{FWHM}} = 50$ eV verbessert werden kann. Mit einem solchen Detektor könnte die Unsicherheit bei der Bestimmung der Lamb-Verschiebung in wasserstoffähnlichem U^{91+} um etwa eine Größenordnung reduziert werden.

Literaturverzeichnis

- [Abr70] A. Abragam und B. Bleaney, *Electron Paramagnetic Resonance of Transition Metals*, Clarendon Press, Oxford, 1970.
- [Ara66] S. Arajs und G.R. Dunmyre, *A Search for Low-Temperature Anomalies in the Electrical Resistivity of Dilute Gold-Erbium Alloys*, J. Less Com. Metals, **10**, 220-224, 1966.
- [Bur04] A. Burck, *Entwicklung großflächiger magnetischer Kalorimeter zur energieaufgelösten Detektion von Röntgenquanten und hochenergetischen Teilchen*, Diplomarbeit, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2004.
- [Cla04] J. Clarke (Ed.) und A.I. Braginski (Ed.), *The SQUID Handbook: Vol. I Fundamentals and Technology of SQUIDs and SQUID Systems*, Wiley-VCH Weinheim, 2004, ISBN 3-527-40229-2.
- [Dan05] T. Daniyarov, *Metallische magnetische Kalorimeter zum hochauflösenden Nachweis von Röntgenquanten und hochenergetischen Molekülen*, Dissertation, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2005.
- [Den02] P.M. Dentinger, W.M. Clift und S.H. Goods, *Removal of SU-8 photoresist for thick film applications*, Microelectronic Engineering, **61/62**, 993-1000, 2002.
- [Dav73] D. Davidov, C. Rettori, A. Dixon, K. Baberschke, E.P. Chock und R. Orbach, *Crystalline-Field Effects in the Electron-Spin Resonance of Rare Earths in the Noble Metals*, Phys. Rev. B, **8**(8), 3563-3568, 1973.
- [Dru04] D. Drung und M. Mück, *SQUID Electronics*, in J. Clarke (Ed.) und A.I. Braginski (Ed.), *The SQUID Handbook: Vol. I Fundamentals and Technology of SQUIDs and SQUID Systems*, Wiley-VCH Weinheim, 2004, ISBN 3-527-40229-2.
- [Ege05] P. Egelhof und S. Kraft-Bermuth, *Heavy Ion Physics*, in C.Enss (ed.), *Cryogenic Particle Detection*, Topics Appl. Phys., **99**, 469-500, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2005, ISBN 3-540-20113-0.
- [Ens00a] C. Enss, A. Fleischmann, K. Horst, J. Schönefeld, J. Sollner, J.S. Adams, Y.H. Huang, Y.H. Kim und G.M. Seidel, *Metallic Magnetic Calorimeters for Particle Detection*, J. Low Temp. Phys., **121**(3/4), 137-176, 2000.

- [Ens00b] C. Enss und S. Hunklinger, *Tieftemperaturphysik*, Springer-Verlag Berlin Heidelberg New York, 2000, ISBN 3-540-67674-0.
- [Fle98] A. Fleischmann, *Hochauflösendes magnetisches Kalorimeter zur Detektion von einzelnen Röntgenquanten*, Diplomarbeit, Institut für angewandte Physik, Universität Heidelberg, 1998.
- [Fle03] A. Fleischmann, *Magnetische Mikrokalorimeter: Hochauflösende Röntgenspektroskopie mit energiedispersiven Detektoren*, Dissertation, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2003.
- [Fle05] A. Fleischmann, C. Enss und G. Seidel, *Metallic Magnetic Calorimeters*, in C.Enss (ed.), *Cryogenic Particle Detection*, Toppics Appl. Phys., **99**, 151-216, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2005, ISBN 3-540-20113-0.
- [For93] G. Forster, *Untersuchung von Tieftemperaturkalorimetern mit supraleitenden Absorbern und supraleitenden Phasenübergangsthermometern*, Dissertation, Teilinstitut E 15, Universität München, 1993.
- [Gil98] D.T. Gillespie, *Theory of electrical noise induced in a wire loop by the thermal motions of ions in solution*, J. Appl. Phys., **83**(6), 3118-3128, 1998.
- [Gör01] T. Görlach, *Untersuchung paramagnetischer Legierungen für magnetische Tieftemperatur-Kalorimeter*, Diplomarbeit, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2001.
- [Gum05] A. Gumberidze, Th. Stöhlker, D. Banaś, K. Beckert, P. Beller, H.F. Beyer, F. Bosch, S. Hagmann, C. Kozhuharov, D. Liesen, F. Nolden, X. Ma, P.H. Mokler, M. Steck, D. Sierpowski und S. Tashenov, *Quantum Electrodynamics in Strong Electric Fields: The Ground-State Lamb-Shift in Hydrogen-like Uranium*, Phys. Rev. Lett., **94**, 223001, 2005.
- [Hah92] W. Hahn, M. Loewenhaupt und B. Frick, *Crystal field excitations in dilute rare earth noble metal alloys*, Physica B, **180&181**, 176-178, 1992.
- [Har68] J.T. Harding und J.E. Zimmerman, *Quantum Interference Magnetometry and Thermal Noise from a Conducting Environment*, Physics Letters, **27A**(10), 670-671, 1968.
- [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.
- [Hol66] V.E. Holt, *Thermal Resistivity at Interfaces between Metal and Dielectric Films at 1.5° to 4.2°K*, J. Appl. Phys., **37**(2), 798-802, 1966.

-
- [Hon04] G. Hong, A.S. Holmes und M.E. Heaton, *SU8 resist plasma etching and its optimisation*, *Microsystem Technologies*, **10**, 357-359, 2004.
- [Höl97] G. Hölzer, M. Fritsch, M. Deutsch, J. Härtwig und E. Förster, *$K\alpha_{1,2}$ and $K\beta_{1,3}$ x-ray emission lines of the 3d transition metals*, *Phys. Rev. A*, **56**(6), 4554-4568, 1997.
- [Hor99] K. Horst, *Hochauflösende Röntgenspektroskopie mit kalorimetrischen Tieftemperaturdetektoren basierend auf ^{166}Er -dotiertem Gold*, Diplomarbeit, Institut für angewandte Physik, Universität Heidelberg, 1999.
- [Hub04] J.H. Hubbell und S.M. Seltzer, *Tables of X-Ray Mass Attenuation Coefficients and Mass Energy-Absorption Coefficients*, Version 1.4, online verfügbar auf <http://physics.nist.gov/xaamdi>, Stand 10.04.2008, National Institute of Standards and Technology, 2004.
- [Kem07] S. Kempf, *Entwicklung eines vollständig mikrostrukturierten metallisch magnetischen Kalorimeters*, Diplomarbeit, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2007.
- [Lam47] W.E. Lamb und R.C. Retherford, *Fine Structure of the Hydrogen Atom by a Microwave Method*, *Phys. Rev.*, **72**(3), 241-243, 1947.
- [Lau08] S. Lausberg, *Development of a Metallic Magnetic Calorimeter for High Resolution β -Spectroscopy*, Diplomarbeit, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2008.
- [Lor98] H. Lorenz, M. Laudon und P. Renaud, *Mechanical Characterization of a New High-Aspect-Ratio Near UV-Photoresist*, *Microelectronic Engineering*, **41/42**, 371-374, 1998.
- [Pob92] F. Pobell, *Matter and Methods at Low Temperatures*, Springer-Verlag Berlin Heidelberg New York, 1992, ISBN 3-540-53751-1.
- [Por07] J.-P. Porst, *Towards MARE: Development of a Metallic Magnetic Calorimeter with Superconducting Rhenium Absorber*, Diplomarbeit, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2007.
- [Sch00] J. Schönefeld, *Entwicklung eines mikrostrukturierten magnetischen Tieftemperatur-Kalorimeters zum hochauflösenden Nachweis von einzelnen Röntgenquanten*, Dissertation, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2000.

- [Sch07] S. Schäfer, *Development of a Fully Microfabricated Two Pixel Magnetic Calorimeter*, Diplomarbeit, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2007.
- [Sjö75] M.E. Sjöstrand und G. Seidel, *Hyperfine resonance properties of Er^{3+} in Au*, Phys. Rev. B, **11**(9), 3292-3297, 1975.
- [Swa89] E.T. Swartz und R.O. Pohl, *Thermal boundary resistance*, Rev. Mod. Phys., **61**(3), 605-668, 1989.
- [Tes77] C.D. Tesche und J. Clarke, *dc SQUID: Noise and Optimization*, J. Low Temp. Phys., **29**(3/4), 301-331, 1977.
- [Ude97] T. Udem, B. Gross, J. Reichert, M. Prevedelli, M. Weitz und T.W. Hänsch, *Phase-Coherent Measurement of the Hydrogen $1S-2S$ Transition Frequency with an Optical Frequency Interval Divider Chain*, Phys. Rev. Lett., **79**(14), 2646-2649, 1997.
- [Var84] T. Varpula und T. Poutanen, *Magnetic field fluctuations arising from thermal motion of electric charge in conductors*, J. Appl. Phys., **55**(11), 4015-4021, 1984.
- [Wea82] R.C. Weast, *CRC Handbook of Chemistry and Physics*, CRC Press, Inc., 1981-1982, ISBN 08493-0462-8.
- [Wel08] R. Weldle, *Untersuchung des Effekts magnetischer Verunreinigungen auf das Thermalisierungsverhalten von supraleitenden Teilchenabsorbern*, Diplomarbeit, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2008.
- [Wil69] G. Williams und L.L. Hirst, *Crystal-Field Effects of Solid Solutions of Rare Earths in Noble Metals*, Phys. Rev., **185**(2), 407-415, 1969.

Danksagung

Zu guter Letzt möchte ich noch denjenigen Personen danken, die zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben.

Danke an Professor Christian Enss. Bereits in seinen Vorlesungen konnte er mich für die spannende Physik bei tiefen Temperaturen begeistern. Durch seine freundliche Aufnahme in seine Arbeitsgruppe durfte ich eine aufregende Zeit im KIP verbringen.

Ich danke Loredana Fleischmann für ihren ewigen Optimismus und für das Mitfeiern bei der Prozessierung der Chips. Wahrscheinlich hat die Sorge nach dem Überleben der Detektoren ihr mehr schlaflose Nächte bereitet als mir. Auch für ihre Unterstützung bei der Datenauswertung bin ich ihr sehr dankbar.

Vielen Dank an Andreas Fleischmann. Ohne seine Unterstützung wäre das neue Detektordesign nie möglich geworden. Dank seiner großen Erfahrung mit magnetischen Kalorimetern, Kryostaten und, wie mir scheint, allen anderen physikalischen und technischen Bereichen konnte er jede meiner Fragen beantworten. Außerdem danke ich ihm für das Korrekturlesen dieser Arbeit.

Großer Dank geht auch an Sebastian Kempf für die Einarbeitung am Cube und am Celsius und für die täglichen (oder sogar häufigeren) Fütterungen des Kryos. Außerdem möchte ich ihm für ein immer offenes Ohr, besonders am Ende der Schreibphase dieser Arbeit, danken.

Des weiteren danke ich meinem Mitgalvanisierer und SU-8-Leidensgenossen Stefan Lausberg für die gemeinsame Zeit im Reinraum und im Chemieraum, für den Sushi-Abend und dafür, dass ich seinen Aufbau schlachten und die SQUIDs klauen durfte.

Besonders danke ich Richard Weldle für seine Unterstützung während des gesamten Studiums. Zusammen kämpften wir uns durch Vorlesungen, Übungszettel, Praktika und Prüfungen und auch während der Diplomarbeit konnte ich ihn nicht loswerden. An dieser Stelle möchte ich auch dem Rest der leider immer mehr geschrumpften Uni-Gruppe, Benjamin Titze, Joseph Doetsch, Patrick Klenk und Fabian Bauer für die gemeinsame Zeit danken.

Mein Dank gilt Christian Höhn für den gemeinsamen Widerstand gegen Richard, für die Einführung in den sächsischen Wortschatz und nicht zuletzt auch für das Mikroskop im ADR-Labor.

Ich danke auch Christian Domesle für die Hilfe beim Füttern des Kryostaten, und für die gemeinsame Zeit im Büro.

Sönke Schäfer danke ich für die hilfreichen Tipps bei der Arbeit mit den Photolacken, für die Bedienung der Plasmaätzenanlage und für die „Wie kann man in KIC...?“-Besuche im Büro.

Danke an J.-P. Porst für die vielfältigen Ratschläge zum Aufbau des Detektors und für die witzige Zeit im ADR-Labor.

Andreas Pabinger möchte ich danken für die gemeinsame Zeit im Reinraum und für die Tests der neuen Sputteranlage, die deren Einsatz erst möglich machte.

Außerdem danke ich Andreas Burck für die vielfachen technischen und physikalischen Ratschläge.

Matias Rodrigues möchte ich für die Unterstützung bei der Auswertung der experimentellen Daten danken.

Außerdem danke ich den Mitgliedern von F3, namentlich Masoomeh Bazrafshan, Gudrun Fickenscher, Angela Halfar, Marius Hempel, Sandra Jenewein, Gernot Kasper, Michel Kinzer, Lena Maerten, Astrid Netsch, Mihai Petrovici, Daniel Rothfuß, Celine Rüdiger, Manfred von Schickfus und Jens Schindele, die eine super Arbeitsatmosphäre bildeten.

Thomas Wolf danke ich vielmals für die großartige Arbeit im Reinraum, an den Sputteranlagen, an der Wafersäge und an der Plasmaätzenanlage. Ohne seine Hilfe würden die Detektoren wahrscheinlich nur aus einem leeren Wafer bestehen.

Ich danke den Helium-Verflüssigern, insbesondere Andreas Reiser und Rudolf Eitel dafür, dass der Kryo niemals Hunger leiden musste.

Robert Weis und der gesamten EDV-Abteilung möchte ich danken für ihre Arbeit zur Instandhaltung der Rechner, Server, Drucker und was sonst noch dazu gehört.

Danken möchte ich des weiteren meiner Familie und meinen Freunden, durch die mir immer wieder gezeigt wurde, dass nicht die ganze Welt aus Physik besteht.

Besonders großer Dank gilt meinen Eltern. Ihre Unterstützung, sowohl finanzieller als auch psychologischer Art, machte mein gesamtes Studium erst möglich. Ich hoffe, dass Eure Daumen das viele Drücken zum Bestehen der Prüfungen, zum Gelingen der Experimente und zum Fertigstellen dieser Arbeit gut überstanden haben.

Abschließend möchte ich meiner Freundin Stefanie Schmietendorf dafür danken, dass sie immer für mich da ist und mich auch in den stressigen Phasen des Studium und der Diplomarbeit ertragen konnte. Ohne Dich hätte ich das alles nicht geschafft.

Ich versichere, dass ich diese Arbeit selbständig verfasst und keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt habe.

Heidelberg, den 11.06.2008

.....

(Christian Pies)