



Andreas Burck

---

Entwicklung großflächiger mikrostrukturierter  
magnetischer Kalorimeter mit Au:Er- und  
Ag:Er-Sensoren für den energieaufgelösten  
Nachweis von Röntgenquanten und  
hochenergetischen Teilchen

Dissertation

November 2008



# INAUGURAL-DISSERTATION

zur

Erlangung der Doktorwürde

der

Naturwissenschaftlichen-Mathematischen

Gesamtfakultät

der

Ruprecht-Karls-Universität

Heidelberg

vorgelegt von

**Dipl.-Phys. Andreas Burck**

aus Germersheim / Pfalz

Tag der mündlichen Prüfung: 04. November 2008



Entwicklung großflächiger mikrostrukturierter  
magnetischer Kalorimeter mit Au:Er- und  
Ag:Er-Sensoren für den energieaufgelösten  
Nachweis von Röntgenquanten und  
hochenergetischen Teilchen

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



Im Rahmen dieser Arbeit wurden großflächige auf dem Prinzip magnetischer Kalorimeter basierende Detektoren entwickelt, die z.B. für die Untersuchung der Dissoziativen Rekombination oder der Lamb-Verschiebung wasserstoffähnlicher schwerer Ionen eingesetzt werden können. Die Detektoren bestehen aus zwei mäanderförmigen, mikrostrukturierten Detektionsspulen aus Niob, auf denen jeweils ein paramagnetischer Sensor aufgebracht ist. Eine Energiedeposition im Sensor führt zu einer Temperaturerhöhung und damit zu einer Magnetisierungsänderung des Sensormaterials. Diese kann mit Hilfe eines SQUID-Magnetometers präzise gemessen werden. Als Sensormaterialien wurden verdünnten Legierungen aus Gold-Erbium (Au:Er) und Silber-Erbium (Ag:Er) verwendet. Während der Ag:Er-Sensor noch aufgeklebt wurde, konnte der Au:Er-Sensor erstmals anhand eines im Rahmen dieser Arbeit entwickelten Mikrostrukturierungsprozesses aufgebracht werden. Zur Charakterisierung der Detektoren und Sensormaterialien wurden eine Fluoreszenzquelle und eine  $^{55}\text{Fe}$ -Röntgenquelle verwendet. Die thermodynamischen Eigenschaften der aufgesputterten Au:Er-Filme zeigen dabei sehr vielversprechende Resultate, da die Magnetisierung im Temperaturbereich zwischen 20 mK und 330 K nahezu mit den Eigenschaften des Au:Er-Vollmaterials übereinstimmt. Die Messungen der Signalgröße und Magnetisierung für den mit einem Ag:Er-Sensor bestückten Detektor zeigen, dass die thermodynamischen Eigenschaften der Ag:Er-Legierung vollständig beschrieben werden können. Zudem werden die gemessenen Signalformen, das Rauschen und die Energieauflösungen der beiden Detektoren gezeigt und diskutiert.

## **Development of microstructured large area magnetic calorimeters with Au:Er- and Ag:Er-sensors for the detection of x-ray quanta and high energetic particles**

This thesis describes the development of large-area magnetic calorimeters which could for example be used for the investigation of the dissoziative recombination or the measurement of the Lamb-shift for hydrogenlike heavy ions. The detectors consist of two meandershaped niobium thin film pickup coils and a paramagnetic sensor. The deposition of energy in the sensor results in a temperature change and therefore in a change of magnetisation of the sensor, which can be measured by a SQUID-magnetometer with high precision. As sensormaterials a dilute alloy of gold-erbium (Au:Er) as well as silver-erbium (Ag:Er) were used. Whereas the Ag:Er-sensor was glued on the pickup coil the Au:Er-sensor was for the first time microstructured by a novel microstructuring process established in this thesis. For the characterisation of the detectors and the sensormaterials a fluorescence source and a  $^{55}\text{Fe}$  source were used. The thermodynamic properties of the Au:Er-sensors thereby show promising results, as the magnetisation shows bulk properties down to 20 mK. The measurements of the signalsize and the magnetisation with the detector which was equipped with a Ag:Er-sensor showed that the thermodynamic properties of the Ag:Er-alloy could be fully described. Futhermore the shape of the pulses, the noise and the energy resolution of both detectors will be discussed.



# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>Funktionsprinzip magnetischer Kalorimeter</b>	<b>5</b>
<b>3</b>	<b>Physikalische Beschreibung der Sensormaterialien</b>	<b>7</b>
3.1	Allgemeine Eigenschaften der Sensormaterialien <u>Au:Er</u> und <u>Ag:Er</u> . . . . .	7
3.2	Thermodynamischer Formalismus zur Beschreibung der Sensormaterialien . . . . .	10
3.3	Modell wechselwirkungsfreier magnetischer Momente . . . . .	11
3.3.1	Thermodynamische Beschreibung wechselwirkungsfreier magnetischer Momente . . . . .	12
3.4	Modell wechselwirkender magnetischer Momente . . . . .	18
3.4.1	Wechselwirkungsmechanismen . . . . .	18
3.4.2	Thermodynamische Beschreibung wechselwirkender magnetischer Momente . . . . .	20
3.5	Einfluss des Kernquadrupolmoments von Gold . . . . .	25
<b>4</b>	<b>Berechnung des Detektorsignals</b>	<b>29</b>
4.1	Auslesegeometrie . . . . .	29
4.2	Mäanderförmige Detektionsspule . . . . .	31
4.3	Magnetfeldverteilung . . . . .	33
4.4	Berechnung des Detektorsignals . . . . .	36
4.4.1	Flussänderung in einer mäanderförmigen Detektionsspule . . . . .	36
4.4.2	Flussänderung im SQUID-Magnetometer . . . . .	38
4.5	Optimierung des Signal-zu-Rauschen-Verhältnisses . . . . .	40

<b>5</b>	<b>Energieauflösung magnetischer Kalorimeter</b>	<b>45</b>
5.1	Thermodynamische Energiefluktuationen . . . . .	45
5.2	Magnetisches Johnson-Rauschen . . . . .	47
<b>6</b>	<b>SQUID-Magnetometer</b>	<b>49</b>
6.1	Allgemeine Eigenschaften eines DC-SQUIDs . . . . .	49
6.2	Einstufiger SQUID-Aufbau mit Rückkoppelschaltung . . . . .	51
6.3	Rauschen des einstufigen SQUID-Aufbaus . . . . .	52
6.4	Zweistufiger SQUID-Aufbau mit Rückkoppelschaltung . . . . .	53
6.5	Eigenschaften der verwendeten SQUIDs . . . . .	55
<b>7</b>	<b>Erzeugung tiefer Temperaturen</b>	<b>59</b>
<b>8</b>	<b>Mikrofabrikation der Detektoren</b>	<b>63</b>
8.1	Grundlagen der Mikrostrukturierung . . . . .	63
8.1.1	Photolacke und deren Prozessierung . . . . .	63
8.1.2	Beschichtungsverfahren . . . . .	65
8.1.3	Lift-Off-Prozess und Ätz-Prozess . . . . .	66
8.2	Herstellung und Funktionsweise der Detektoren . . . . .	68
8.2.1	Herstellung der Belichtungsmasken . . . . .	68
8.2.2	Herstellung und Aufbau der mäanderförmigen Detektionsspulen . . . . .	69
8.2.3	Herstellung und Funktionsweise des Dauerstrom-Schalters . . . . .	71
8.2.4	Herstellung der Sensoren . . . . .	73
<b>9</b>	<b>Detektoraufbau</b>	<b>77</b>
9.1	Detektoraufbauten . . . . .	77
9.1.1	<u>Au</u> :Er-Experiment . . . . .	77
9.1.2	<u>Ag</u> :Er-Experiment . . . . .	79

9.2	Kabelführung und Datenaufnahme . . . . .	80
9.3	Röntgenquellen . . . . .	82
9.3.1	$^{55}\text{Fe}$ -Röntgenquelle zur Charakterisierung des <u>Au</u> :Er-Aufbaus . . . . .	82
9.3.2	Fluoreszenzquelle zur Charakterisierung des <u>Ag</u> :Er-Aufbaus . . . . .	82
<b>10</b>	<b>Experimentelle Ergebnisse</b>	<b>83</b>
10.1	<u>Au</u> :Er-Aufbau . . . . .	83
10.1.1	Magnetisierung des Sensormaterials <u>Au</u> :Er . . . . .	83
10.1.2	Eigenschaften des Detektorsignals . . . . .	86
10.1.3	Analyse der Rauschbeiträge . . . . .	94
10.1.4	Niederfrequentes Rauschen . . . . .	97
10.1.5	Spektrum einer $^{55}\text{Fe}$ -Röntgenquelle . . . . .	100
10.2	<u>Ag</u> :Er-Aufbau . . . . .	106
10.2.1	Magnetisierung des Sensormaterials <u>Ag</u> :Er . . . . .	106
10.2.2	Eigenschaften des Detektorsignals . . . . .	109
10.2.3	Spektrum der Fluoreszenz-Röntgenquelle . . . . .	113
<b>11</b>	<b>Anwendungen</b>	<b>119</b>
11.1	Absolute Aktivitätsmessung . . . . .	119
11.2	Messungen der Lamb-Verschiebung an wasserstoffähnlichen schweren Ionen . . . . .	120
<b>12</b>	<b>Zusammenfassung und Ausblick</b>	<b>123</b>
	<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>127</b>
	<b>Danksagung</b>	<b>133</b>



# 1. Einleitung

Ein heutiger Forschungsschwerpunkt der Astronomie ist der Vorgang der Sternentstehung. Interstellare Nebel stellen dabei nach heutigem Wissensstand mögliche Sternentstehungsgebiete dar und werden daher intensiv untersucht. In diesen Nebeln herrschen niedrige Temperaturen und niedrige Dichten, so dass lediglich elementare chemische Reaktionen in diesen stattfinden sollten. Man beobachtet jedoch in spektroskopischen Messungen das Auftreten komplexer organischer Moleküle. Ein möglicher Reaktionsmechanismus, der zur Bildung solch komplexer Moleküle führen könnte, ist die sogenannte Dissoziative Rekombination. Bei diesem Prozess rekombiniert ein molekulares Ion mit einem Elektron niedriger Energie und zerfällt dabei in mehrere neutrale Molekülfragmente.

Zur Untersuchung der Dynamik dieses Prozesses wurden in der Vergangenheit zahlreiche Messungen unter anderem am Max-Planck-Institut für Kernphysik (MPIK) in Heidelberg durchgeführt. Die Messungen zeigten, dass die Dynamik und die Reaktionsrate maßgeblich durch den Schwingungszustand des rekombinierenden molekularen Ions bestimmt werden. Durch die Strahlungskühlung war es schließlich möglich die Ionen in ihrem Schwingungsgrundzustand zu speichern und so eine klarer definierte Ausgangssituation zu schaffen. Messungen zeigten jedoch, dass auch der Rotationszustand des molekularen Ions Einfluss auf die Reaktionsrate hat. Die Bestrebungen zielen daher auf eine Speicherung der molekularen Ionen in ihrem Rotations-Grundzustand ab. Da die Strahlungskühlung heutiger Schwerionenspeicherringe jedoch durch die Schwarzkörperstrahlung der Wände des Speicherrings limitiert ist und es daher nicht erlaubt die molekularen Ionen gezielt im Rotationsgrundzustand zu speichern, ist der Bau eines kryogenen elektrostatischen Speicherrings mit dem Namen 'Cryogenic storage ring' (kurz: CSR) geplant. Dieser Speicherring soll am MPIK in Heidelberg entstehen und bei einer Temperatur von etwa 2 K arbeiten.

Eine Möglichkeit zur Untersuchung der Dynamik der bei der Dissoziativen Rekombination ablaufenden Prozesse besteht in der Detektion der hierbei entstehenden Molekülfragmente. Bei den bisher durchgeführten Experimenten kamen vorrangig sogenannte Mikrokanal-Platten zum Einsatz. Diese besitzen jedoch keinerlei Energieauflösung und zeigen für die sich typischerweise im keV-Bereich bewegenden Röntgenquanten eine Nachweiseffizienz von nur etwa 50 %. Da der geplante Speicherring jedoch bei tiefen Temperaturen arbeiten soll, bietet sich die Verwendung von Tieftemperatur-Teilchen Detektoren an, die sich durch Energieauflösungen im eV-Bereich und eine Nachweiseffizienz von nahezu 100 % auszeichnen und für die kryogenen Bedingungen predestiniert sind. Hierzu zählen Magnetische Kalorimeter, Halbleiter-Thermistoren und Phasensübergangsthermometer.

Zur Untersuchung der Dissoziativen Rekombination sollte der eingesetzte Detektor für massive Teilchen mit einer Energie zwischen 1 keV und 100 keV ausgelegt sein und dabei eine Energieauflösung von etwa 50 eV erreichen. Die nachzuweisenden Raten liegen im

Bereich zwischen etwa 100-1000 Teilchen pro Sekunde, wobei eine Nachweiseffizienz von 100 % erwünscht ist. Zudem sollte der Detektor über eine vergleichsweise große Detektionsfläche im Bereich von  $10\text{ cm} \times 10\text{ cm}$  und eine Ortsauflösung verfügen. Eine Möglichkeit Detektionsflächen dieser Größe zu realisieren stellen dabei Arrays aus mehreren Einzeldetektoren dar, die gleichzeitig auch über die geforderte Ortsauflösung verfügen. Denkbar wäre hier beispielsweise ein Array aus etwa  $1\text{ cm} \times 1\text{ cm}$  großen Einzeldetektoren.

Im Rahmen dieser Arbeit wurden zwei Detektoren entwickelt, die auf dem Prinzip magnetischer Kalorimeter basieren. Die Auslesegeometrie und Dimensionierung der beiden Detektoren wurde dabei für eine vergleichsweise große Absorberwärmekapazität von etwa  $1\text{ nJ/K}$  bei einer Temperatur von  $20\text{ mK}$  ausgelegt. Hiermit können Detektionsflächen im Bereich von  $0,5\text{ cm}^2$  erreicht werden. Die Detektoren bilden daher eine gute Grundlage für die zuvor diskutierte Anwendung. Aber auch Anwendungen wie etwa die Untersuchung der Lamb-Verschiebung wasserstoffähnlicher schwerer Ionen und die Messung der absoluten Aktivität radioaktiver Isotope können von dieser Art von Prototyp-Detektor profitieren. Alle diese Anwendungen zeichnen sich dabei dadurch aus, dass der hierzu eingesetzte Detektor über eine vergleichsweise große Absorberwärmekapazität und eine möglichst gute Energieauflösung verfügen muss.

In Kapitel 2 wird das Detektionsprinzip magnetischer Kalorimeter vorgestellt. Hieran schließt sich dann in Kapitel 3 eine thermodynamische Beschreibung der beiden verwendeten paramagnetischen Materialien Au:Er und Ag:Er an. Das hierbei sukzessiv verfeinerte thermodynamische Modell erlaubt schließlich eine quantitative Beschreibung der verwendeten Sensormaterialien.

In Kapitel 4 wird die im Rahmen dieser Arbeit verwendete mäanderförmigen Auslesegeometrie vorgestellt. Um für diese Geometrie Vorhersagen über die Signalgröße machen zu können, wird hier ein Ausdruck hergeleitet mit Hilfe dessen die durch einen Energieeintrag hervorgerufenen Flußänderung im SQUID-Magnetometer berechnet werden kann. Basierend auf diesem Ausdruck und der thermodynamischen Beschreibung der Sensormaterialien lassen sich dann Optimierungsbedingungen für den Detektor ableiten, die das Signal-zu-Rauschen-Verhältnis maximieren.

Während sich das Kapitel 5 dann mit der Energieauflösung magnetischer Kalorimeter auseinandersetzt, werden in Kapitel 6, die für den Betrieb magnetischer Kalorimeter notwendigen SQUID-Magnetometer vorgestellt. In Kapitel 7 wird der zur Erzeugung tiefer Temperaturen verwendete Verdünnungskryostat beschrieben.

Eine Beschreibung der im instituseigenen Reinraum durchgeführten Mikrofabrikation der Detektoren erfolgt in Kapitel 8, während die zusammengesetzten Detektoraufbauten, die Kabelführung und die verwendeten Röntgenquellen in Kapitel 9 vorgestellt werden.

Im Rahmen der Arbeit werden zwei Detektoren diskutiert, wobei einer der beiden hierbei mit einem mikrostrukturierten Au:Er-Sensor versehen wurde, während auf dem anderen Detektor ein Ag:Er-Sensor aufgebracht war. In Kapitel 10 werden die experimentellen Ergebnisse die mit diesen beiden Aufbauten erzielt wurden vorgestellt und diskutiert. Zur

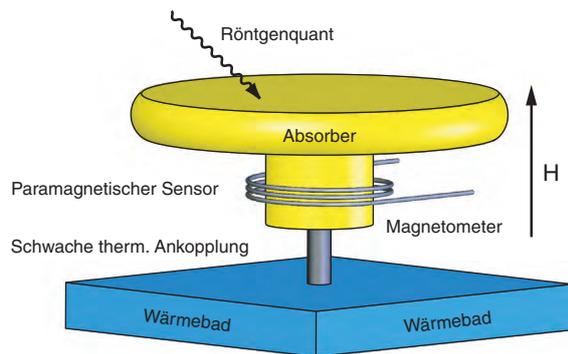
Charakterisierung der Detektoren und auch der beiden Legierungen werden hierzu jeweils die gemessene Signalhöhe und die Gleichfeld-Magnetisierung den theoretischen Berechnungen gegenübergestellt. Im Fall des mit einem Au:Er-Sensor versehenen Detektors wurde hier eine  $^{55}\text{Fe}$ -Röntgenquelle verwendet, wobei für den mit einem Ag:Er-Sensor versehenen Detektor eine Fluoreszenzquelle eingesetzt wurde. Es werden die mit diesen Quellen jeweils gemessenen Spektren und die hieraus bestimmbaren Energieauflösungen diskutiert. Es erfolgt hier zudem eine detaillierte Untersuchung des Thermalisierungsverhaltens und des Rauschens der beiden Aufbauten.

Während die Mikrostrukturierbarkeit der Au:Er-Sensoren für alle zukünftigen Anwendungen bei denen magnetische Kalorimeter eingesetzt werden von zentraler Bedeutung ist, wird in Kapitel 11 abschließend an zwei weiteren Anwendungen aufgezeigt werden, welche Experimente im Besonderen von dieser Art von Detektor in Zukunft profitieren werden.



## 2. Funktionsprinzip magnetischer Kalorimeter

Das Detektionssprinzip magnetischer Kalorimeter basiert auf dem 1. Hauptsatz der Thermodynamik. Im folgenden Kapitel wird beschrieben, wie sich das kalorimetrische Prinzip im Fall magnetischer Kalorimeter für den Nachweis von Röntgenquanten bzw. hochenergetischer Teilchen nutzen lässt.



**Abbildung 2.1:** Schematische Darstellung eines magnetischen Kalorimeters.

Abbildung 2.1 zeigt den prinzipiellen Aufbau eines magnetischen Kalorimeters. Hauptbestandteil ist ein paramagnetischer Temperatursensor, der sich in gutem thermischen Kontakt mit einem metallischen Absorber befindet. Der paramagnetische Sensor sitzt in einem kleinen Magnetfeld und ist hinreichend schwach an ein Wärmebad gekoppelt. Das Auftreffen eines hochenergetischen Teilchens auf den Absorber bzw. die Absorption eines Röntgenquants führt zu einem Energieeintrag  $\delta E$  im Detektor. Bei bekannter Wärmekapazität  $C_{\text{tot}}$  des Detektors führt dies zu einer Temperaturerhöhung  $\delta T$ , die für hinreichend kleine Wärmeeinträge durch

$$\delta T \cong \frac{\delta E}{C_{\text{tot}}}. \quad (2.1)$$

gegeben ist. Demnach lässt sich die Messung des Energieeintrags auf eine Messung der Temperatur reduzieren.

Bedingt durch das paramagnetische Verhalten des Sensormaterials führt die auf diese Weise hervorgerufene Temperaturerhöhung zu einer Abnahme der Magnetisierung  $\delta M$  des Sensors, die in linearer Näherung gegeben ist durch

$$\delta M \simeq \frac{\partial M}{\partial T} \delta T \simeq \frac{\partial M}{\partial T} \frac{\delta E}{C_{\text{tot}}}. \quad (2.2)$$

Diese Magnetisierungsänderung  $\delta M$  induziert in der den Sensor umgebenden Detektions-

schleife eines Magnetometers eine Änderung des magnetischen Flusses der Größe

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

Unter Verwendung eines sog. DC-SQUID-Magnetometers<sup>1</sup> kann eine solche Flussänderung mit sehr großer Empfindlichkeit und großer Bandbreite nachgewiesen werden. Im Fall eines magnetischen Kalorimeters wird die Messung der eingetragenen Energie  $\delta E$  demnach auf die Messung der durch den Energieeintrag hervorgerufenen Änderung des magnetischen Flusses  $\delta\phi$  zurückgeführt,  $\delta\phi \propto \delta E$ .

Anhand von Gleichung 2.3 lassen sich bereits zwei wichtige Forderungen an den Aufbau eines magnetischen Kalorimeters ableiten, die zu einer Maximierung des Detektorsignals führen. Zum einen sollte ein Sensormaterial verwendet werden, welches eine starke Temperaturabhängigkeit der Magnetisierung  $\partial M/\partial T$  aufweist. Andererseits sollte der Detektor eine möglichst geringe Gesamtwärmekapazität  $C_{\text{tot}}$  besitzen, um die Temperaturänderung  $\delta T$  als Antwort auf einen Energieeintrag  $\delta E$  zu maximieren. Neben der Forderung nach einer großen Sensitivität sind in vielen Anwendungen eine hohe Zählrate, eine hohe Nachweiseffizienz und eine große Detektionsfläche wünschenswert.

Durch den Betrieb des Detektors bei tiefen Temperaturen lässt sich die Forderung nach einer geringen Wärmekapazität erfüllen, da sowohl der elektronische,  $C_{\text{el}} \propto T$ , als auch der phononische Beitrag,  $C_{\text{ph}} \propto T^3$ , bei tiefen Temperaturen sehr gering ist. Zudem wirken sich die niedrigen Arbeitstemperaturen positiv auf die Energieauflösung des Detektors aus, da das thermische Rauschen mit sinkender Temperatur merklich abnimmt.

Die Wahl des Sensormaterials im Fall magnetischer Kalorimeter stellt kein triviales Problem dar, da der Sensor hinsichtlich der oben genannten und teilweise untereinander in Konflikt stehenden Anforderungen zu optimieren ist. Von besonderer Wichtigkeit sind dabei die Thermalisierungszeit und die Sensitivität des Detektors. Wie in [Fle05] gezeigt wird, scheiden dabei dielektrische Wirtsmaterialien aufgrund der extrem langen Thermalisierungszeiten aus. Ausschlaggebend dafür ist der extrem langsame Energieaustausch zwischen den magnetischen Momenten und den Phononen bei tiefen Temperaturen. Das Problem der langen Thermalisierungszeiten lässt sich allerdings lösen, indem man die magnetischen Momente in metallische oder semimetallische Wirtsmaterialien einbettet [Ban93]. Bei solchen Materialien führt die starke Kopplung zwischen den Leitungselektronen und den lokalisierten Spins zu sehr schnellen Thermalisierungszeiten.

Benutzt man Absorbermaterialien mit großer Kernladungszahl, so lassen sich relativ dünne Absorber mit einer großen Detektionsfläche realisieren, die über eine hohe Quanteneffizienz verfügen.

---

<sup>1</sup>Abkürzung aus dem Englischen für Superconducting Quantum Interference Device

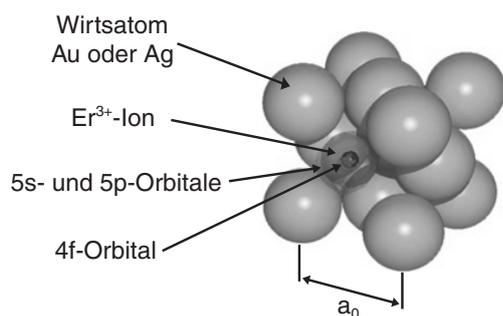
### 3. Physikalische Beschreibung der Sensormaterialien

In Kapitel 2 wurde gezeigt, dass das Detektorsignal eines magnetischen Kalorimeters proportional zur Temperaturabhängigkeit der Magnetisierung  $\partial M/\partial T$  des Sensormaterials und invers proportional zur Gesamtwärmekapazität  $C_{\text{tot}}$  des Detektors ist. Ziel des folgenden Kapitels ist die thermodynamische Beschreibung, der im Rahmen dieser Arbeit verwendeten Sensormaterialien Au:Er und Ag:Er. In Kapitel 3.1 sollen dazu zunächst die für die Beschreibung notwendigen Eigenschaften beider Legierungen zusammengestellt werden. In Kapitel 3.2 erfolgt eine Herleitung von Ausdrücken für die Wärmekapazität  $C$ , die Magnetisierung  $M$  und deren Ableitung nach der Temperatur  $\partial M/\partial T$ , die die thermodynamischen Größen mit den Energieeigenwerten in Beziehung setzt. Die nachfolgenden Abschnitte werden sich dann mit der Entwicklung eines Modells beschäftigen, mit Hilfe dessen eine qualitativ und quantitativ korrekte Beschreibung der Sensormaterialien möglich sein wird. Dazu werden wir das Modell schrittweise verfeinern. Ausgehend von kernspinlosem Erbium im Modell wechselwirkungsfreier magnetischer Momente umfasst dies zum einen die Berücksichtigung der in der Realität auftretenden RKKY- und Dipol-Dipol-Wechselwirkung und zum anderen die Integration des in der natürlichen Isotopenzusammensetzung von Erbium vorkommenden kernspinbehafteten  $^{167}\text{Er}$ -Isotops. Die Verfeinerung des Modells erlaubt eine der Realität immer näher kommende Bestimmung der Energieeigenwerte und damit der thermodynamischen Größen  $C$ ,  $M$  und  $\partial M/\partial T$ . Abschließend soll noch der Einfluss des im Fall von Gold auftretenden Kernquadrupolmoments diskutiert werden.

#### 3.1 Allgemeine Eigenschaften der Sensormaterialien Au:Er und Ag:Er

Im Rahmen dieser Arbeit wurden für die Detektoren *zwei* unterschiedliche Sensormaterialien verwendet und hinsichtlich ihrer thermodynamischen Eigenschaften untersucht. In beiden Fällen handelt es sich um verdünnte Legierungen aus dem Seltenerdmetall Erbium und einem metallischen Wirtsmaterial. Dadurch lässt sich wie eingangs bereits erwähnt die Forderung nach hinreichend kurzen Thermalisierungszeiten erfüllen. Als Wirtsmaterialien wurden die Edelmetalle Gold (Au) und Silber (Ag) verwendet.

Für die Legierungen wurde hierbei Erbium sowohl in seiner natürlichen Isotopenzusammensetzung als auch in angereicherter Form verwendet. Die Tabelle 3.1 zeigt die in der Natur auftretenden relativen Anteile der Erbium-Isotope und deren Kernspins. Während fünf der sechs Isotope keinen Kernspin ( $I = 0$ ) tragen, besitzt das Isotop  $^{167}\text{Er}$  einen Kernspin von  $I = 7/2$  und zeigt damit eine Hyperfeinstruktur. Die folgenden Betrachtungen werden zeigen, dass sich dies negativ auf die Wärmekapazität und die Magnetisierung



**Abbildung 3.1:** Ausschnitt aus der Gitterstruktur einer Au:Er- bzw. Ag:Er-Legierung in schematischer Darstellung. Die  $\text{Er}^{3+}$ -Ionen besetzen dabei reguläre Gitterplätze der fcc-Matrix des Wirtsmaterials. Die Gitterkonstante  $a_0$  besitzt für beide Legierungen einen Wert von etwa  $4,08 \text{ \AA}$

des Sensormaterials auswirkt. Es empfiehlt sich daher Erbium mit einem möglichst geringen Anteil von  $^{167}\text{Er}$  zu verwenden. Im Fall von Ag:Er wurde angereichertes Erbium verwendet<sup>1</sup>, dessen Isotopenzusammensetzung vom Hersteller wie folgt angegeben wurde:  $^{166}\text{Er}$ : 95,3%,  $^{167}\text{Er}$ : 2,8%, Rest:  $^{164}\text{Er}$ ,  $^{168}\text{Er}$  und  $^{170}\text{Er}$ . Im Gegensatz hierzu lag das Erbium im Fall der Au:Er-Sensoren in seiner natürlichen Isotopenzusammensetzung vor. Bei der Beschreibung der Au:Er-Sensoren ist es daher notwendig, den Einfluss des  $^{167}\text{Er}$ -Isotops zu berücksichtigen, während dieser im Fall von Ag:Er aufgrund des nur geringen Anteils vernachlässigt werden kann.

Isotop	Anteil [%]	Kernspin
$^{162}\text{Er}$	0,14	0
$^{164}\text{Er}$	1,61	0
$^{166}\text{Er}$	33,6	0
$^{167}\text{Er}$	22,9	$7/2$
$^{168}\text{Er}$	26,8	0
$^{170}\text{Er}$	14,9	0

**Tabelle 3.1:** Natürliche Isotopenzusammensetzung des Elements Erbium (Er).

Während sowohl reines Silber als auch reines Gold diamagnetisch sind und eine nahezu temperaturunabhängige Volumenssuszeptibilität<sup>2</sup> von  $\chi_{\text{Au}} = -3,45 \cdot 10^{-5}$  (vgl. [Lid03]) bzw.  $\chi_{\text{Ag}} = -2,31 \cdot 10^{-5}$  (vgl. [Foi76]) besitzen, weisen die hinzugefügten Erbium-Ionen aufgrund der nur unvollständig gefüllten 4f-Orbitale ein paramagnetisches Verhalten auf. Unterhalb von 50 K dominiert dieses und führt so zu dem gewünschten paramagnetischen Verhalten der Sensormaterialien.

Abbildung 3.1 zeigt schematisch die Gitterstruktur einer solchen Legierung. Bei der Dotierung mit Erbium besetzen die Er-Atome, sowohl im Fall von Silber als auch im Fall von Gold, reguläre Gitterplätze der fcc-Matrix. Dabei geben die Er-Atome jeweils drei Elektronen an das Elektronengas des jeweiligen Metalles ab. Die dabei entstehenden dreiwertigen  $\text{Er}^{3+}$ -Ionen besitzen dann die Elektronenkonfiguration  $[\text{Kr}]4d^{10}4f^{11}5s^25p^6$ .

<sup>1</sup>Lieferant: Oak Ridge National Laboratory, Oak Ridge, TE 37831, USA

<sup>2</sup>Die Werte sind in SI-Einheiten angegeben.

Ausschlaggebend für das paramagnetische Verhalten der Ionen ist das permanente magnetische Moment, welches von den Elektronen der nur unvollständig gefüllten 4f-Schale getragen wird. Verglichen mit der räumlichen Ausdehnung des Er-Ions ( $r_{\text{ion}} \approx 1 \text{ \AA}$ ) liegt die 4f-Schale tief im Inneren des Ions ( $r_{4f} \approx 0,3 \text{ \AA}$ ; [Fra76]) und wird von den Elektronen der weiter außen liegenden 5s- und 5p-Orbitale gut abgeschirmt. Dadurch ist die Größe des Kristallfelds am Ort der 4f-Elektronen stark reduziert. Diese Tatsache erlaubt es bei der Berechnung des magnetischen Moments, die Gesamtdrehimpulse  $\mathbf{L}$ ,  $\mathbf{S}$  und  $\mathbf{J} = \mathbf{L} + \mathbf{S}$  mit Hilfe der Hundschen Regeln zu ermitteln. Dabei ergeben sich für das  $\text{Er}^{3+}$ -Ion folgende Werte:  $L = 6$ ,  $S = 3/2$  und  $J = 15/2$ . Anhand dieser Werte können der Landé-Faktor

$$g_J = 1 + \frac{J(J+1) + S(S+1) - L(L+1)}{2J(J+1)} \quad (3.1)$$

und damit das magnetische Moment

$$\boldsymbol{\mu} = g_J \mathbf{J} \quad (3.2)$$

berechnet werden [Abr70].

Messungen der magnetischen Suszeptibilität von Au:Er und Ag:Er zeigen, dass die theoretische Beschreibung mit Hilfe des so ermittelten magnetischen Moments für hohe Temperaturen ( $T > 100 \text{ K}$ ) eine gute Übereinstimmung liefert (vgl. hierzu [Wil69]). Für tiefere Temperaturen muss jedoch der Einfluss des nicht vollständig abgeschirmten Kristallfeldes auf die Zustände der  $\text{Er}^{3+}$ -Ionen berücksichtigt werden. Die Beschreibung erfolgt anhand eines zusätzlichen Potentialterms, der die fcc-Symmetrie des Wirtskristalles aufweist. Dies führt zu einer Aufspaltung des  $(2J+1)$ -fach entarteten  $\text{Er}^{3+}$ -Grundzustands im Nullfeld in eine Gruppe von Multipletts ( $\Gamma_6$ -,  $\Gamma_7$ -Doublett,  $3 \times \Gamma_8$ -Quartett), deren energetisch günstigstes Multiplett ein  $\Gamma_7$ -Kramers-Doublett [Wil69] ist. Bei hinreichend kleinen Temperaturen und kleinen Magnetfeldern ist demnach eine Beschreibung des paramagnetischen Verhaltens von Erbium in Gold bzw. Silber durch ein 2-Niveau-System möglich, dessen Quasi-Spin  $\tilde{S} = 1/2$  ist und dessen effektiver, isotroper Landé-Faktor  $\tilde{g} = 34/5$  beträgt [Abr70]. Die Energieaufspaltung im Nullfeld zwischen dem  $\Gamma_7$ -Doublett und dem ersten angeregten Multiplett ( $\Gamma_8$ -Quartett) wurde für Au:Er- und Ag:Er-Legierungen mit unterschiedlichen Methoden gemessen. Zu diesen zählen die Neutronen-Streuung [Hah92], Hyperfein-Resonanz-Spektroskopie [Sjö75], Elektronenspin-Resonanz [Dav73, Ret73], Messungen der Suszeptibilität [Wil69] und Messungen der Magnetisierung [Fle00]. Die zuverlässigsten Werte lieferte dabei die Neutronen-Streuung [Hah92], wobei sich für Au:Er-Legierungen ein Wert von  $(17 \pm 0,5) \text{ K} \cdot k_B$  und für Ag:Er ein Wert von  $(25 \pm 1) \text{ K} \cdot k_B$  für die Energieaufspaltung ergab.

### 3.2 Thermodynamischer Formalismus zur Beschreibung der Sensormaterialien

Ziel der folgenden Überlegungen wird es sein, analytische Ausdrücke für die Wärmekapazität  $C$ , die Magnetisierung  $M$  und deren Temperaturabhängigkeit  $\partial M/\partial T$  herzuleiten, die die jeweilige thermodynamische Gleichgewichtsgröße mit den Energieeigenwerten des zu beschreibenden Systems in Bezug setzt. Anhand dieser Ausdrücke wird es dann in den folgenden Kapiteln möglich sein, ein sukzessiv verfeinertes Modell zu entwickeln, anhand dessen eine qualitativ und quantitativ korrekte Beschreibung der Sensormaterialien möglich sein sollte.

Ausgangspunkt der thermodynamischen Beschreibung ist die Wahl eines geeigneten thermodynamischen Potentials. Im hier betrachteten Fall magnetischer Momente bietet sich die Freie Energie  $F$  mit dem zugehörigen vollständigen Differenzial

$$dF = -SdT - VMdB. \quad (3.3)$$

an. Da die Volumenänderung in diesem Temperaturbereich einen nur unwesentlichen Beitrag liefert, wurde dieser Beitrag hier vernachlässigt. Der Zusammenhang zwischen der Freien Energie  $F$  und der Ein-Teilchen-Zustandssumme  $z$  kann mittels der statistischen Physik anhand des Ausdrucks

$$F = -k_B T \ln Z_N = -N k_B T \ln z, \quad (3.4)$$

hergestellt<sup>3</sup> werden. Dabei bezeichnet  $k_B$  die Boltzmann-Konstante,  $N$  die Anzahl der betrachteten magnetischen Momente,  $T$  die Temperatur und  $Z_N$  die N-Teilchen-Zustandssumme. Die kanonische Ein-Teilchen-Zustandssumme lässt sich anhand des Ausdrucks

$$z = \sum_i e^{-\frac{E_i}{k_B T}}, \quad (3.5)$$

berechnen, wobei es sich bei den Größen  $E_i$  um die Energieeigenwerte eines einzelnen magnetischen Moments handelt. Anhand der Ausdrücke 3.3-3.5 lassen sich für die Wärmekapazität  $C_Z$ , die Magnetisierung  $M$  und deren Ableitung nach der Temperatur  $\partial M/\partial T$  folgende Ausdrücke ableiten:

$$C_Z = \frac{N}{k_B T^2} \left\{ \langle E^2 \rangle - \langle E \rangle^2 \right\}, \quad (3.6)$$

$$M = -\frac{N}{V} \left\langle \frac{\partial E}{\partial B} \right\rangle, \quad (3.7)$$

$$\frac{\partial M}{\partial T} = -\frac{N}{V k_B T^2} \left\{ \left\langle E \frac{\partial E}{\partial B} \right\rangle - \langle E \rangle \left\langle \frac{\partial E}{\partial B} \right\rangle \right\}. \quad (3.8)$$

<sup>3</sup>Hierbei wurde ausgenutzt, dass es sich bei der Freien Energie um eine extensive Größe handelt.

Dabei berechnen sich die thermodynamische Einteilchen-Erwartungswerte  $\langle X \rangle$  gemäß

$$\langle X \rangle = \frac{1}{z} \sum_i X_i e^{-\frac{E_i}{k_B T}}. \quad (3.9)$$

Die Berechnung der thermodynamischen Größen  $C_Z$ ,  $M$  und  $\partial M / \partial T$  lässt sich demnach auf die Bestimmung der Energieeigenwerte, des jeweils zur Beschreibung der Sensormaterialien herangezogenen Modells, reduzieren.

Zusätzlich ist noch zu beachten, dass Erbium in der natürlichen Isotopenmischung sowohl aus kernspinlosen Isotopen, als auch aus dem kernspinbehafteten Isotop  $^{167}\text{Er}$  besteht. Die Magnetisierung  $M$  und die Wärmekapazität  $C_Z$  des Zeeman-Systems setzen sich dann additiv aus den jeweiligen Größen der Subsysteme zusammen. Nachdem das im Rahmen dieser Arbeit verwendete Erbium, sowohl in natürlicher als auch in angereicherter Form vorlag, lässt sich dies in allgemeiner Form schreiben als:

$$C_Z = p^{167} C_Z^{167} + (1 - p^{167}) C_Z^0, \quad (3.10)$$

$$M = p^{167} M^{167} + (1 - p^{167}) M^0. \quad (3.11)$$

Die Größen  $C_Z^{167}$  und  $M^{167}$  bzw.  $C_Z^0$  und  $M^0$  entsprechen dabei der Wärmekapazität und der Magnetisierung einer Probe bei der das verwendete Erbium zu 100% aus dem kernspinbehafteten  $^{167}\text{Er}$ -Isotop bzw. zu 100% aus kernspinlosem Erbium besteht. Der relative Anteil des Isotops  $^{167}\text{Er}$  nimmt dabei im Fall der natürlichen Isotopenzusammensetzung den Wert  $p^{167} = 22,9\%$  an, während der Anteil im angereicherten Fall stark reduziert ist und den Wert  $p^{167} = 2,8\%$  besitzt.

### 3.3 Modell wechselwirkungsfreier magnetischer Momente

Die im letzten Kapitel hergeleitete allgemeine Theorie magnetischer Momente hat gezeigt, dass es zur Berechnung der thermodynamischen Größen Magnetisierung  $M$  und Wärmekapazität  $C_Z$  erforderlich ist, die Energieeigenwerte, der in das jeweilige Wirtsmaterial eingebetteten  $\text{Er}^{3+}$ -Ionen, zu bestimmen. Ausgangspunkt dieses Kapitels wird dabei das Modell wechselwirkungsfreier magnetischer Momente sein. Im nächsten Kapitel erfolgt dann eine Verfeinerung des Modells, die darin besteht, dass die Wechselwirkungen der magnetischen Momente untereinander in das Modell integriert werden.

Die allgemeine quantenmechanische Beschreibung des Grundzustands-Dubletts im Fall wechselwirkungsfreier Erbium-Ionen ist durch den Spin-Hamilton-Operator

$$H = \tilde{g}\mu_B \mathbf{B} \cdot \tilde{\mathbf{S}} + A \mathbf{I} \cdot \tilde{\mathbf{S}} - g_N \mu_N \mathbf{B} \cdot \mathbf{I} \quad (3.12)$$

gegeben. Der erste Term beschreibt dabei die Wechselwirkung des äußeren Magnetfeldes mit dem magnetischen Moment der unvollständig gefüllten 4f-Schale. Trägt der Kern

zudem einen Kernspin, so führt dies zu einer Wechselwirkung des damit verbundenen magnetischen Moments des Kerns mit dem äußeren Magnetfeld und zu einer Hyperfeinwechselwirkung mit dem magnetischen Moment der unvollständig gefüllten 4f-Schale. Dies wird durch die beiden letzten Terme beschrieben, die demnach nur im Fall des kernspinbehafteten  $^{167}\text{Er}$ -Isotops berücksichtigt werden müssen. Die Größe  $g_N$  bezeichnet den g-Faktor des Kerns,  $\mu_N$  das Kernmagneton,  $A$  die Hyperfeinkopplungskonstante und  $\mathbf{I}$  den Kernspin.

### 3.3.1 Thermodynamische Beschreibung wechselwirkungsfreier magnetischer Momente

#### Kernspinlose Er-Isotope

Nachdem die beiden letzten Terme des Hamilton-Operators in 3.12 aufgrund des fehlenden Kernspins nicht berücksichtigt werden müssen, können die in Gold bzw. Silber eingebetteten kernspinlosen  $\text{Er}^{3+}$ -Ionen bei tiefen Temperaturen und kleinen Magnetfelder effektiv als 2-Niveau-System beschrieben werden (vgl. Kapitel 3.1). Die magnetischen Momente der  $\text{Er}^{3+}$ -Ionen besitzen demnach in einem äußeren Magnetfeld mit dem Betrag  $B$  zwei mögliche Orientierungen mit den Energieeigenwerten

$$E_{m_{\tilde{S}}} = m_{\tilde{S}} \tilde{g} \mu_B B. \quad (3.13)$$

Hierbei entspricht die Größe  $m_{\tilde{S}}$  der  $z$ -Komponente des Quasi-Spins  $\tilde{S} = 1/2$  im  $\Gamma_7$ -Doublett und nimmt dabei die beiden Werte  $\pm 1/2$  an, während es sich bei  $\tilde{g} = 6,8$  um den effektiven isotropen Landé-Faktor und bei  $\mu_B = 9,27 \cdot 10^{-24} \text{ J/T}$  um das Bohrsche Magneton handelt.

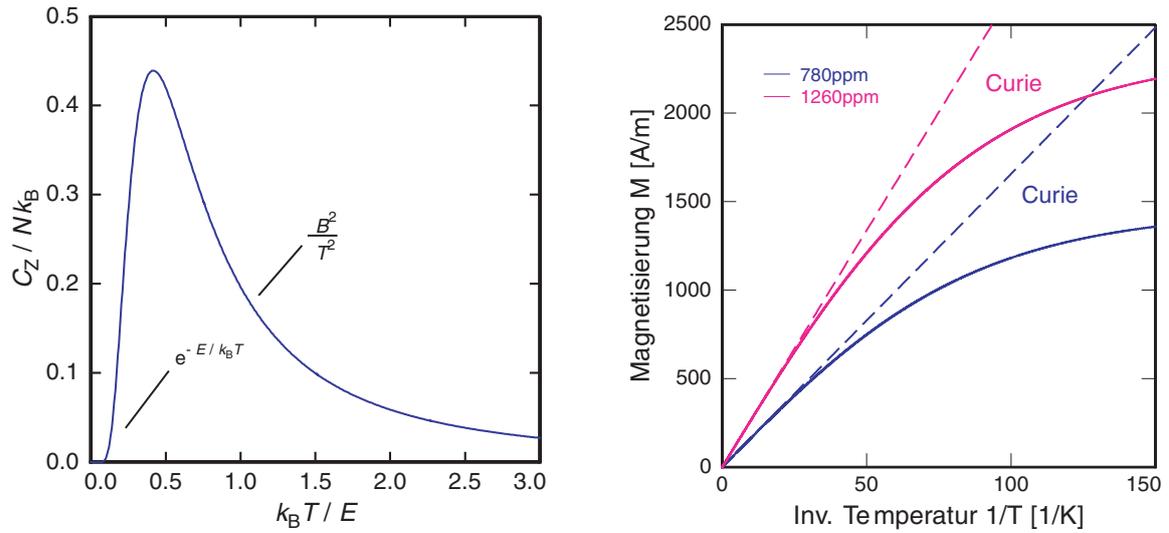
Die Wärmekapazität und Magnetisierung der  $\text{Er}^{3+}$ -Ionen können unter Verwendung der Gleichungen 3.6 und 3.7 bestimmt werden. Dabei erhält man für die Wärmekapazität wechselwirkungsfreier magnetischer Momente ohne Kernspin den Ausdruck

$$C_Z = N k_B \left( \frac{E}{k_B T} \right)^2 \frac{e^{E/k_B T}}{(e^{E/k_B T} + 1)^2}, \quad (3.14)$$

wobei die Größe  $E = \tilde{g} \mu_B B$  der Energieaufspaltung der beiden Eigenzustände entspricht. Dieser häufig auch als Schottky-Anomalie bezeichnete Verlauf ist in Abbildung 3.2 (links) dargestellt. Das Maximum der Kurve befindet sich bei  $k_B T / E = 0,42$  und wird damit bei einer Temperatur erreicht, bei der die thermische Energie  $k_B T$  etwa der halben Energieaufspaltung  $E$  entspricht. Die Wärmekapazität nimmt im Maximum den Wert  $C_Z = 0,44 N k_B$  an. Zusätzlich sind in der Abbildung die Näherungen für  $T \ll E/k_B$  und  $T \gg E/k_B$  angegeben.

Bei gleicher Vorgehensweise erhält man für die Magnetisierung  $M$  im wechselwirkungsfreien Fall mit  $\tilde{S} = 1/2$  den Ausdruck

$$M = \frac{1}{2} \frac{N}{V} \tilde{g} \mu_B \tanh(h), \quad (3.15)$$



**Abbildung 3.2: (links):** Verlauf der Wärmekapazität  $C_Z$  eines Zwei-Niveau-Systems in Abhängigkeit von der reduzierten Temperatur  $k_B T/E$ . Die Größe  $E = \tilde{g}\mu_B B$  entspricht dabei der Energieaufspaltung zwischen den beiden Eigenzuständen des Zwei-Niveau-Systems. **(rechts):** Magnetisierung einer sich in einem Magnetfeld der Stärke 5 mT befindlichen Au:Er- bzw. Ag:Er Legierung für den Fall zweier unterschiedlicher Er-Konzentrationen. Bei der Berechnung wurden dabei die Wechselwirkungen der  $\text{Er}^{3+}$ -Ionen vernachlässigt. Die gestrichelten Geraden entsprechen den jeweiligen Curie-Näherungen für hohe Temperaturen.

mit dem Argument  $h = \frac{\tilde{g}\mu_B B}{2k_B T}$ . Abbildung 3.2 (rechts) zeigt die auf diese Weise bestimmte Magnetisierung am Beispiel von zwei Legierungen mit unterschiedlichen Er-Konzentrationen, die sich in einem Magnetfeld der Stärke 5 mT befinden. Entsprechend den Überlegungen aus Kapitel 3.1 muss dabei nicht zwischen Au:Er- und Ag:Er-Legierung unterschieden werden, da sich deren thermodynamische Beschreibung im wechselwirkungsfreien Fall nicht voneinander unterscheiden. Unterschiede werden sich erst ergeben, sobald die Wechselwirkungen der Spins untereinander berücksichtigt werden (vgl. hierzu Kapitel 3.4). Im Grenzfall hoher Temperaturen ( $h \ll 1$ ) kann der Ausdruck 3.15 nach  $h$  entwickelt werden. Man erhält dabei den Zusammenhang

$$M \approx \mu_0 \frac{N}{V} \frac{\tilde{S}(\tilde{S} + 1)(\tilde{g}\mu_B)^2}{3k_B T} H = \frac{\lambda}{T} H, \quad (3.16)$$

der allgemein auch als *Curie-Gesetz* bekannt ist und in Form zweier gestrichelter Linien in die Abbildung miteingezeichnet wurde. Bei  $\mu_0 = 4\pi \cdot 10^{-7} \frac{\text{Vs}}{\text{Am}}$  handelt es sich um die magnetische Permeabilität des Vakuums und bei  $\lambda$  um die sogenannte Curie-Konstante. Zu tiefen Temperaturen hin weicht die Magnetisierung mehr und mehr von dieser Näherung ab und strebt im Limes  $T \rightarrow 0$  gegen den Sättigungswert  $M = \frac{1}{2} \frac{N}{V} \tilde{g}\mu_B$ . Dies entspricht der Situation, in der alle magnetischen Momente parallel zum äußeren Magnetfeld ausgerichtet sind.

## Detektorsignal

Die folgende Betrachtung des Detektorsignals im stark vereinfachten Modell wechselwirkungsfreier kernspinloser Erbium-Ionen erlaubt es, die grundlegenden Abhängigkeiten des Detektorsignals herauszuarbeiten. Dabei bietet es sich bei der Diskussion des Detektorsignals an, die Änderung des magnetischen Moments des Detektors zu betrachten, da diese von der Geometrie des Sensors unabhängig ist. Die Änderung des magnetischen Moments  $\delta m$  ist mit der Magnetisierungsänderung  $\delta M$  des Sensormaterials über

$$\delta m = V \delta M. \quad (3.17)$$

verknüpft, wobei  $V$  das Volumen des Sensors bezeichnet.

Würde man davon ausgehen, dass das thermodynamische Verhalten des Detektors alleine durch das zuvor beschriebene wechselwirkungsfreie Spinsystem bestimmt wäre, so wäre die durch einen Energieeintrag  $\delta E$  hervorgerufene Änderung des magnetischen Moments des Sensors durch

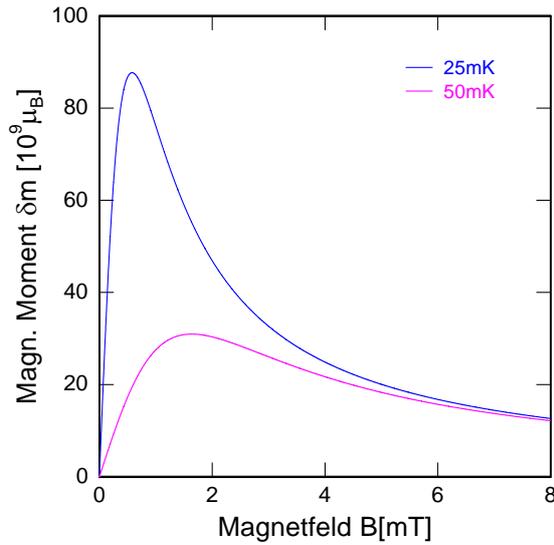
$$\delta m = \frac{\delta E}{B}. \quad (3.18)$$

gegeben.

Dieser Ausdruck spiegelt die Tatsache wider, dass das Spinsystem nur durch das Umklappen magnetischer Momente Energie aufnehmen kann. Für jeden dieser Elementarprozesse ist dabei die Energie  $\tilde{g}\mu_B B$  notwendig ist, um die Energieaufspaltung zwischen den beiden Energieeigenzuständen zu überwinden und dabei das magnetische Moment des Sensors um  $\tilde{g}\mu_B$  zu ändern. Das Detektorsignal wächst in diesem Modell proportional mit  $1/B$  an. Dies resultiert aus der Tatsache, dass die Zeeman-Aufspaltung mit kleiner werdendem Magnetfeld abnimmt, so dass es bei gleichbleibendem Energieeintrag zu mehr Umklappprozessen  $\delta N = \delta E / \tilde{g}\mu_B B$  und damit zu einer größeren Änderung des magnetischen Moments  $\delta m = \delta N \tilde{g}\mu_B$  kommt.

Für eine realistischere Beschreibung müssen neben dem Spinsystem noch das System der Leitungselektronen und das System der Phononen des Wirtsmaterials in die Überlegungen mit einbezogen werden. Die spezifische Wärme des Phononensystems ist durch  $c_{\text{ph}} = \beta T^3$  gegeben, wobei  $\beta$  im Fall von Gold den Wert  $\beta_{\text{Au}} = 4,57 \cdot 10^{-4} \text{ J}/(\text{mol K}^4)$  und im Fall von Silber den Wert  $\beta_{\text{Ag}} = 1,66 \cdot 10^{-4} \text{ J}/(\text{mol K}^4)$  [Mar73] besitzt. Dieser Beitrag ist im hier relevanten Temperaturbereich vergleichsweise gering und kann im Folgenden vernachlässigt werden. Der Beitrag der Leitungselektronen zur spezifischen Wärme ist durch  $c_e = \gamma T$  gegeben und wächst damit linear mit der Temperatur an. Im Fall von Gold beträgt  $\gamma_{\text{Au}} = 6,89 \cdot 10^{-4} \text{ J}/(\text{mol K}^2)$  und im Fall von Silber  $\gamma_{\text{Ag}} = 6,40 \cdot 10^{-4} \text{ J}/(\text{mol K}^2)$  [Mar73].

Die Elektron-Spin-Relaxationszeit im Fall von Au:Er und Ag:Er ist selbst bei einer Temperatur von 20 mK noch kürzer als  $1 \mu\text{s}$ . Das bedeutet, dass sich das System der Spins bereits wenige Mikrosekunden nach der Deposition der Energie mit dem System der Elektronen im Gleichgewicht befindet. Das zusätzliche Elektronensystem führt dazu, dass



**Abbildung 3.3:** Änderung des magnetischen Moments  $\delta m$  eines quaderförmigen Au:Er-Sensors bei der Deposition einer Energiemenge von 5,9 keV für die beiden Temperaturen  $T = 25$  mK und  $T = 50$  mK. Der Sensor hat eine quadratische Grundfläche mit einer Seitenlänge von 1 mm und eine Höhe von  $3,5 \mu\text{m}$  und besitzt eine Erbium-Konzentration von 780 ppm.

von der im Detektor deponierten Energie  $\delta E$  nur der Anteil

$$\delta E_Z = \frac{C_Z}{C_Z + C_e} \delta E, \quad (3.19)$$

auf das Spin-System entfällt und damit zum Signal beiträgt. Dabei handelt es sich bei  $C_Z$  und  $C_e$  um die Wärmekapazitäten des Zeeman-Systems bzw. des Systems der Leitungselektronen.

Wird das System der Elektronen bei der Betrachtung des Detektorsignals mit berücksichtigt, so führt dies zu einem gänzlich anderen Verhalten. Abbildung 3.3 zeigt die berechnete Änderung des magnetischen Moments des Detektors für zwei unterschiedliche Temperaturen  $T = 25$  mK und  $T = 50$  mK. Der Detektor besteht dabei aus einem quaderförmigen Au:Er- bzw. Ag:Er-Sensor<sup>4</sup> mit der Grundfläche von  $1 \text{ mm} \times 1 \text{ mm}$  und einer Höhe von  $3,5 \mu\text{m}$  und besitzt eine Erbiumkonzentration von 780 ppm. Die Berechnung geht dabei ferner von der Deposition einer Energiemenge von  $\delta E = 5,9 \text{ keV}$  aus. Bei kleinen Magnetfeldern nimmt das Detektorsignal proportional zum Magnetfeld zu. Ausschlaggebend hierfür ist die Tatsache, dass der auf das Spin-System entfallende Energieanteil  $\delta E_Z$  im Grenzfall kleiner Magnetfelder proportional zu  $B^2$  zunimmt, so dass sich für das Detektorsignal  $\delta m = \frac{\delta E_Z}{B} \propto B$  ergibt. Im Bereich höherer Magnetfelder stellt die Spin-Wärmekapazität den dominanten Anteil an der Gesamt-Wärmekapazität des Detektors dar. Dies führt dazu, dass nahezu die gesamte im Detektor deponierte Energie  $\delta E$  in das Zeeman-System fließt ( $\delta E_Z \approx \delta E$ ) und das Detektorsignal durch die Beziehung 3.18 beschrieben wird. Das Signal fällt demnach invers proportional zum Magnetfeld ab,  $\delta m \propto \frac{1}{B}$ . Im Grenzfall sehr großer Magnetfelder sorgt der exponentielle Abfall der Spin-Wärmekapazität nach dem Durchlaufen der Schottky-Anomalie für eine weitere Reduktion des Signals. Im Bereich mittlerer Magnetfelder durchläuft das Detektorsignal ein temperaturabhängiges Maximum. Bei vorgegebener Geometrie und Arbeitstemperatur wird dieses

<sup>4</sup>Strenggenommen gilt die dargestellte Kurve aufgrund der etwas unterschiedlichen elektronischen Wärmekapazitäten von Au und Ag nur für einen Au:Er-Sensor.

Maximum in etwa bei dem Magnetfeld  $B_{\max}$  angenommen, bei dem die magnetfeldabhängige Spin-Wärmekapazität und die Wärmekapazität der restlichen Systeme des Detektors gleich groß sind ( $C_Z(B_{\max}, T) = C_e(T)$ ).

### Kernspinbehaftetes $^{167}\text{Er}$ -Isotop

Nachdem das für die Au:Er-Sensoren verwendete Erbium, wie eingangs erwähnt, zu 22,9% aus dem Isotop  $^{167}\text{Er}$  mit einem Kernspin von  $I = 7/2$  besteht, soll nun das System der  $^{167}\text{Er}^{3+}$ -Ionen in Gold näher betrachtet werden. Während die letzten beiden Terme des Hamilton-Operators in 3.12 zuvor aufgrund des fehlenden Kernspins nicht berücksichtigt wurden, spielen diese bei der Beschreibung der Energieniveaus von  $^{167}\text{Er}$  eine wichtige Rolle. In [Sjö75] wurden  $^{167}\text{Er}$ -Ionen in Gold mit Hilfe von ESR-Messungen untersucht. Diese Messungen ergaben für die Hyperfeinkopplungskonstante einen Wert von  $A = 0,0335 \text{ K} \cdot k_B$  und einen hyperfeinverstärkten g-Faktor des Kerns von  $g_N = -29$ . Zusammen mit diesen Werten lassen sich die  $(2\tilde{S} + 1)(2I + 1) = 16$  Energieeigenwerte mit Hilfe des Ausdrucks

$$E_{167\text{Er}} = -\frac{1}{4}A - m_F g_N \mu_N B + \frac{1}{2}A(2I + 1)(F - I) \begin{cases} \left(1 + \frac{B}{B_0}\right) & \text{,für } m_F = +4 \\ \sqrt{1 + \frac{4m_F}{2I+1} \frac{B}{B_0} + \left(\frac{B}{B_0}\right)^2} & \text{,sonst,} \end{cases} \quad (3.20)$$

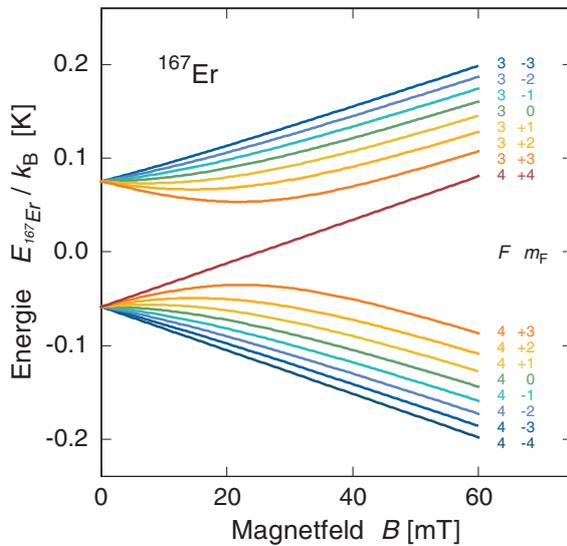
berechnen, wobei

$$B_0 = \frac{\frac{1}{2}A(2(I + 1))}{g_N \mu_N + \tilde{g} \mu_B} = -29,5 \text{ mT} \quad (3.21)$$

ein charakteristisches Magnetfeld ist. Abbildung 3.4 zeigt die Magnetfeldabhängigkeit dieser 16 Energieniveaus. Für kleine Felder ( $B \ll B_0$ ) existieren zwei Gruppen von Energieniveaus mit dem Gesamtdrehimpuls  $F = 3$  bzw.  $F = 4$ , deren Hyperfeinaufspaltung im Nullfeld mit etwa  $140 \text{ mK} \cdot k_B$  vergleichsweise groß ist. Die Energieaufspaltungen benachbarter Niveaus innerhalb einer solchen Gruppe wachsen im Bereich kleiner Magnetfelder in beiden Fällen nahezu linear mit dem Magnetfeld an. Die dabei auftretenden Energiedifferenzen sind jedoch verglichen mit der zuvor disuktierten Energieaufspaltung des Zwei-Niveau-Systems eines kernspinlosen Erbium-Ions etwa acht mal kleiner.

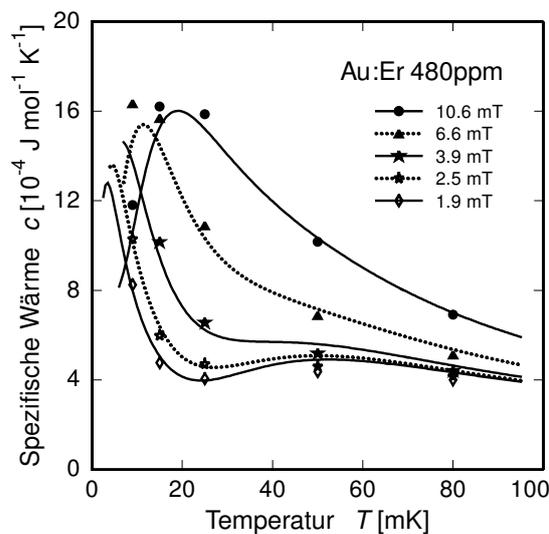
Bei der Energieaufnahme durch  $^{167}\text{Er}$ -Ionen erfolgt eine Umbesetzung der Energieniveaus zu höheren Energien hin. Handelt es sich dabei um Anregungen innerhalb einer der beiden betrachteten Gruppen, so ist damit stets eine Änderung des magnetischen Moments und damit der Magnetisierung verbunden. Erfolgt die Umbesetzung hingegen von einem Niveau des unteren Multipletts auf ein Niveau des oberen Multipletts, so ist damit nicht zwangsläufig eine Änderung der Magnetisierung verbunden. Diese Tatsache ermöglicht es den  $^{167}\text{Er}$ -Ionen, Energie aufzunehmen, ohne dabei gleichzeitig zum Signal beizutragen.

Abbildung 3.5 zeigt die gemessene spezifische Wärme einer Au:Er-Probe mit einer Erbium-Konzentration von 480 ppm für fünf verschiedene Magnetfelder in Abhängigkeit von der Temperatur. Das verwendete Erbium lag hierbei in seiner natürlichen Isotopen-



**Abbildung 3.4:** Energieeigenwerte im hyperfeinaufgespaltenen  $\Gamma_7$ -Kramers-Doublett, geordnet nach dem Gesamtdrehimpuls  $F$  und dessen  $z$ -Komponente  $m_F$  in kleinen Feldern.

zusammensetzung vor. Speziell im Fall kleiner Magnetfelder sind zwei unterschiedliche Maxima erkennbar. Das Maximum bei kleinen Temperaturen wird hierbei zum einen von Umbesetzungen innerhalb des  $F = 4$ -Multipletts und zum anderen von den kernspinlosen Isotopen verursacht. Nachdem die Aufspaltungen zwischen den entsprechenden Zeeman-Niveaus beinahe linear mit dem Magnetfeld zunehmen, steigt die Temperatur, bei der dieses Maximum auftritt, etwa proportional mit dem äußeren Magnetfeld  $B$  an. Das breitere und nahezu magnetfeldunabhängige Maximum bei  $T = 55$  mK wird im Gegensatz dazu von Anregungen zwischen den Multipletts hervorgerufen. Nachdem diese zusätzliche Wärmekapazität im hier relevanten Temperaturbereich zwischen 20 mK und 100 mK einen großen Anteil an der Gesamtwärmekapazität darstellt, wird deutlich, dass dies zu einer erheblichen Reduktion der Signalgröße in diesem Bereich führt. Entsprechend sollte der Anteil des Isotops  $^{167}\text{Er}$  möglichst gering sein.



**Abbildung 3.5:** Gemessene Temperaturabhängigkeit der spezifischen Wärme einer Au:Er-Probe (480 ppm) für fünf unterschiedliche Magnetfelder. Das für die Dotierung verwendete Erbium lag in natürlicher Isotopenzusammensetzung vor.

### 3.4 Modell wechselwirkender magnetischer Momente

Ziel des folgenden Kapitels ist eine Verfeinerung des im letzten Kapitel entwickelten Modells zur Beschreibung der thermodynamischen Eigenschaften des paramagnetischen Sensormaterials. Dazu sollen die in der Realität zwischen den  $\text{Er}^{3+}$ -Ionen auftretenden Wechselwirkungen in das Modell mit integriert werden. Zu diesen zählen die Dipol-Dipol-Wechselwirkung und die indirekte RKKY-Wechselwirkung. Während die Betrachtungen der thermodynamischen Gleichgewichtsgrößen und des Detektorsignals im Modell wechselwirkungsfreier magnetischer Momente nur qualitative Aussagen zuließen, wird es durch die Einbeziehung der Wechselwirkungen möglich sein, theoretische Vorhersagen für die thermodynamischen Größen zu treffen, die quantitativ mit den im Experiment gemessenen Werten übereinstimmen.

#### 3.4.1 Wechselwirkungsmechanismen

Die Betrachtungen in Kapitel 3.1 haben gezeigt, dass Silber ebenso wie Gold eine fcc-Kristallstruktur mit einer Gitterkonstante  $a_0 = 4.08 \text{ \AA}$ , ein Leitungselektron pro Atom und eine abgeschlossene d-Schale besitzt. Ferner zeigen die in Silber eingebrachten Erbiumatome eine ähnliche Kristallfeldaufspaltung wie in Gold, wobei die zwischen dem energetisch niedrigsten  $\Gamma_7$ -Doublett und dem nächsthöher liegenden Quartett auftretende Energieaufspaltung mit  $25 \pm 1 \text{ K} \cdot k_B$  einen deutlich größeren Wert aufweist wie im Fall von Au:Er. Solange die Wechselwirkungen zwischen den magnetischen Momenten vernachlässigt wurden, war daher bei der Berechnung der thermodynamischen Gleichgewichtsgrößen und des Detektorsignals für das kernspinlose Erbium keine Unterscheidung zwischen den Au:Er- und Ag:Er-Legierungen notwendig. Während die im Zusammenhang mit dem Modell der wechselwirkungsfreien magnetischen Momente angestellten Betrachtungen und Ergebnisse für beide Legierungen gleichermaßen gültig waren, wird die folgende Diskussion zeigen, dass die beiden Legierungen Au:Er- und Ag:Er unter Berücksichtigung der Wechselwirkungen voneinander abweichende Eigenschaften aufweisen. Dies bezieht sich hierbei hauptsächlich auf die im Folgenden zu diskutierende RKKY-Wechselwirkung.

#### Dipol-Dipol-Wechselwirkung

Die magnetische Dipol-Dipol-Wechselwirkung zweier sich an den Orten  $\mathbf{r}_i$  und  $\mathbf{r}_j$  befindlicher paramagnetischer Ionen lässt sich durch einen zusätzlichen Term im Hamiltonoperator berücksichtigen. Dieser Term hängt von den magnetischen Momenten  $\boldsymbol{\mu}_i$  und  $\boldsymbol{\mu}_j$  der betrachteten Ionen ab. Wegen des isotropen Verhaltens des effektiven Landé-Faktors im  $\Gamma_7$ -Kramers-Doublett nimmt dieser Term die gewohnte Form

$$H_{ij}^{\text{Dipol}} = \underbrace{\frac{\mu_0}{4\pi} (\tilde{g}\mu_B)^2 (2k_F)^3}_{\Gamma_{\text{Dipol}}} \left( \tilde{\mathbf{S}}_i \cdot \tilde{\mathbf{S}}_j \right) \frac{1 - 3(\tilde{\mathbf{S}}_i \cdot \hat{\mathbf{r}}_{ij})(\tilde{\mathbf{S}}_j \cdot \hat{\mathbf{r}}_{ij}) / (\tilde{\mathbf{S}}_i \cdot \tilde{\mathbf{S}}_j)}{(2k_F r_{ij})^3}, \quad (3.22)$$

an. Hierbei entspricht  $\tilde{\mathbf{S}}_i$  und  $\tilde{\mathbf{S}}_j$  den Quasi-Spins,  $\hat{\mathbf{r}}_{ij}$  dem Einheitsvektor in Richtung  $\mathbf{r}_i - \mathbf{r}_j$  und  $r_{ij}$  ist der Abstand der betrachteten Momente. Der Ausdruck wurde bereits künstlich mit Hilfe des Betrages des Fermi-Wellenvektors  $k_F$  in eine Form gebracht, die den Vergleich mit der noch folgenden RKKY-Wechselwirkung erleichtert. Sowohl im Fall von Gold als auch im Fall von Silber besitzt der Fermi-Wellenvektor der Leitungselektronen den Betrag  $k_F = 1,2 \cdot 10^{10} \text{ m}^{-1}$  [Ash76]. Die Dipol-Dipol-Wechselwirkung erweist sich als anisotrop und besitzt auf der so definierten Längenskala sowohl im Fall von Gold als auch im Fall von Silber eine Größe von  $\Gamma_{\text{Dipol}} = 0,0343 \text{ eV}$ .

### RKKY-Wechselwirkung

Für die in ein Metall eingebrachten magnetischen Momente existiert neben der Dipol-Dipol-Wechselwirkung noch eine weitere Wechselwirkung, die sogenannte RKKY-Wechselwirkung<sup>5</sup>. Dieser Wechselwirkungsmechanismus zwischen den lokalisierten 4f-Elektronen der  $\text{Er}^{3+}$ -Ionen beruht auf der indirekten Austauschwechselwirkung der 4f-Elektronen über die Leitungselektronen des Wirtsmaterials. Diese tritt demnach, anders als die grundsätzlich zwischen magnetischen Momenten auftretende Dipol-Dipol-Wechselwirkung nur in Metallen auf und hängt dabei insbesondere vom Wirtsmaterials ab.

Die RKKY-Wechselwirkung kann z.B. mit Hilfe der Störungstheorie in die mathematische Beschreibung integriert werden. Ausgangspunkt ist dabei ein Hamilton-Operator der Form

$$H = H_0 + H_I \quad (3.23)$$

mit

$$H_I = J \{ \mathbf{S}_i \cdot \mathbf{s}(\mathbf{r}_i) + \mathbf{S}_j \cdot \mathbf{s}(\mathbf{r}_j) \}. \quad (3.24)$$

Der Hamilton-Operator  $H_0$  beschreibt hierbei die Energie der ungestörten Leitungsband- und 4f-Elektronen, während es sich bei  $\mathbf{S}_i$  und  $\mathbf{S}_j$  um die *wahren Spins*<sup>6</sup> der 4f-Systeme handelt und  $\mathbf{s}(\mathbf{r})$  der Spinoperator der freien Elektronen ist. Die Größe  $J$  wird als Austauschenergie bezeichnet und charakterisiert die Stärke der Austauschwechselwirkung.

Geht man davon aus, dass es sich bei dem Wechselwirkungsterm  $H_I$  nur um eine kleine Störung handelt, so ist ein störungstheoretischer Ansatz gerechtfertigt. Für das  $\Gamma_7$ -Doublett lässt sich die RKKY-Wechselwirkung für die Quasispins  $\tilde{\mathbf{S}}$  damit in die Form eines Heisenberg-Spin-Hamiltonoperators bringen. Der Einfluss der RKKY-Wechselwirkung auf die Gesamtenergie ist durch

$$H^{\text{RKKY}} = \sum_{i>j} \Gamma_{\text{RKKY}} F(2k_F r_{ij}) \tilde{\mathbf{S}}_i \cdot \tilde{\mathbf{S}}_j \quad (3.25)$$

<sup>5</sup>Diese Wechselwirkung wurde von den Physiker M.A. Rudermann, C. Kittel, T. Kasuya und K. Yosida vorgeschlagen, und schließlich nach deren Initialen benannt.

<sup>6</sup>Der Begriff *wahrer Spin* bezeichnet hier den Gesamtspin  $\mathbf{S}$  eines Er-Ions.

gegeben. Hierbei ist  $F(\rho)$  die sogenannte Kittel-Funktion

$$F(\rho) = \frac{\cos \rho - \frac{1}{\rho} \sin \rho}{\rho^3} \quad (3.26)$$

und  $\Gamma_{\text{RKKY}}$  ist durch

$$\Gamma_{\text{RKKY}} = J^2 \frac{\tilde{g}^2 (g_J - 1)^2}{g_J^2} \frac{4V_p^2 m_e^* k_F^4}{\hbar^2 (2\pi)^3} \quad (3.27)$$

gegeben. Dabei bezeichnet  $V_p$  das Volumen der primitiven Elementarzelle und  $m_e^*$  die effektive Masse der freien Elektronen des Wirtsmaterials. Während es sich bei  $\tilde{g}$  um den effektiven Landé-Faktor des  $\Gamma_7$ -Grundzustandsmultipletts handelt, ist  $g_J$  der Landé-Faktor, welchen man im Fall eines freien Erbiumions ohne Kristallfeld gemäß der Hund'schen Regeln erhält. Das gleichzeitige Auftreten beider Landé-Faktoren in diesem Ausdruck ist dabei das Resultat der Projektion der zum Gesamtspin  $\mathbf{S}$  gehörigen Zustände auf die Zustände des Gesamtdrehimpulses  $\mathbf{J}$ .

Neben dem isotropen Verhalten zeichnet sich die RKKY-Wechselwirkung durch ihr räumlich oszillierendes Verhalten gegenüber der Dipol-Dipol-Wechselwirkung aus. Da der Hamilton-Operator sowohl im Fall der Dipol-Dipol-Wechselwirkung als auch im Fall der RKKY-Wechselwirkung mit größer werdendem Abstand zwischen den betrachteten magnetischen Momenten proportional zu  $r_{ij}^{-3}$  abfällt, können die Vorfaktoren  $\Gamma_{\text{RKKY}}$  bzw.  $\Gamma_{\text{Dipol}}$  in den Ausdrücken 3.25 und 3.22 direkt miteinander verglichen werden. Im Hinblick auf die noch folgenden Betrachtungen soll hier der Wechselwirkungsparameter  $\alpha$  mit Hilfe des Ausdrucks

$$\alpha = \frac{\Gamma_{\text{RKKY}}}{\Gamma_{\text{Dipol}}} \quad (3.28)$$

eingeführt werden. Er beschreibt die relative Stärke der RKKY-Wechselwirkung bezogen auf die Dipol-Dipol-Wechselwirkung.

Aufgrund der ähnlichen Gitter- und Elektroneneigenschaften von Au:Er und Ag:Er sollte die RKKY-Wechselwirkung in beiden Fällen eine ähnlich große Stärke besitzen. ESR-Messungen [Tao71] ergaben für Au:Er und Ag:Er die Austauschenergien  $J_{\text{Au:Er}} = (0,1 \pm 0,02)$  eV, bzw.  $J_{\text{Ag:Er}} = (0,16 \pm 0,03)$  eV. Entsprechend der Tatsache, dass die Austauschenergie quadratisch in den Hamiltonoperator eingeht, erhält man für die zugehörigen Wechselwirkungsparameter die Werte  $\alpha_{\text{Au:Er}} = 3.79$  und  $\alpha_{\text{Ag:Er}} = 9.70$ . Somit ist für Silber-Erbium eine etwa zwei bis drei mal stärkere RKKY-Wechselwirkung zu erwarten.

### 3.4.2 Thermodynamische Beschreibung wechselwirkender magnetischer Momente

#### Kernspinlose Er-Isotope

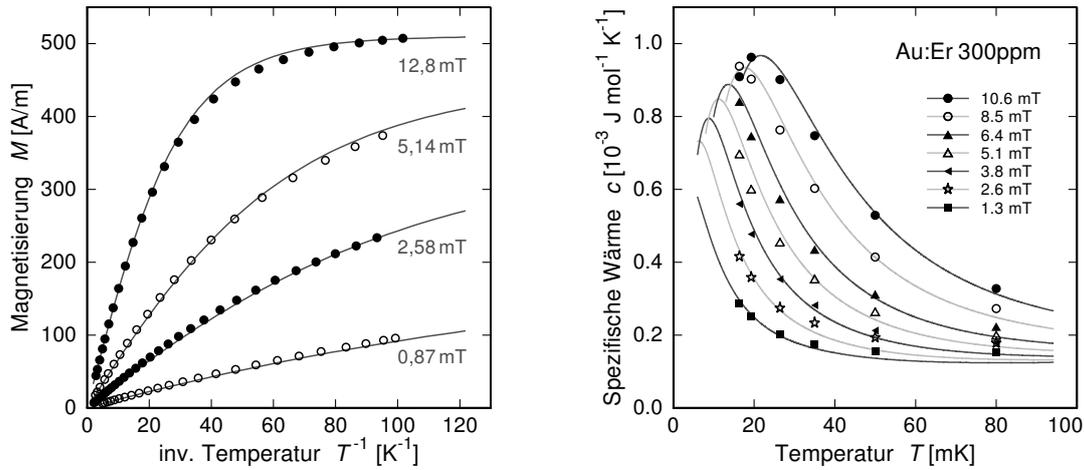
Die soeben diskutierten Wechselwirkungen haben einen nicht vernachlässigbaren Einfluss auf die Eigenschaften des Sensormaterials und müssen bei der theoretischen Beschreibung

berücksichtigt werden. Wie in Kapitel 3.2 gezeigt wurde, lässt sich die Berechnung der Wärmekapazität  $C$ , der Magnetisierung  $M$  und deren Temperaturabhängigkeit  $\partial M/\partial T$  auf die Bestimmung der Energieeigenwerte zurückführen. Im Zusammenhang mit der Entwicklung magnetischer Mikrokalorimeter wurden eine Reihe von numerischen Methoden entwickelt (vgl. hierzu [Fle03]), die es erlauben, die durch die Wechselwirkungen modifizierten Energieeigenwerte zu berechnen. Für die folgende Betrachtung wurde hierbei eine Methode verwendet, die auf der numerischen Diagonalisierung des Hamilton-Operators basiert und von J. Schönefeld [Sch00] und A. Fleischmann [Fle03] entwickelt wurde. Im Folgenden sollen die Idee und die Vorgehensweise dieses Verfahrens kurz beschrieben werden. Für eine detaillierte Beschreibung sei auf die zuvor zitierten Arbeiten verwiesen.

Ausgangspunkt der Betrachtung ist ein würfelförmiger Gitterausschnitt, der mit Hilfe quasiperiodischer Randbedingungen auf eine effektive Kantenlänge von etwa 40-80 Gitterkonstanten ausgedehnt wird. Auf dessen Gitterplätze werden  $n \leq 10$  Spins zufällig angeordnet, wobei die Anzahl der Konfigurationen, mit denen man die  $n$  Spins auf den Gitterausschnitt verteilen kann, von der Konzentration und der Zahl der Anordnungsmöglichkeiten abhängt. Für jede dieser Konfigurationen wird der Hamilton-Operator in Matrixform aufgestellt. Dabei werden sowohl die Wechselwirkungen der Spins mit dem äußeren Magnetfeld als auch die RKKY- und die Dipol-Dipol-Wechselwirkung der Spins untereinander in quantenmechanisch korrekter Weise eingebunden. Durch eine numerische Diagonalisierung des so aufgestellten Hamilton-Operators erhält man die gesuchten Energieeigenwerte. Zusammen mit den in Kapitel 3.2 hergeleiteten Ausdrücken 3.6 bis 3.8 können damit die Magnetisierung  $M$ , die Wärmekapazität  $C$  und die Temperaturabhängigkeit der Magnetisierung  $\partial M/\partial T$  bestimmt werden. Zuletzt wird noch über die Ergebnisse der einzelnen Konfigurationen gemittelt.

Abbildung 3.6 zeigt die gemessene Magnetisierung  $M$  eines Au:Er-Sensors mit einer Erbium-Konzentration von 300 ppm aufgetragen gegenüber der inversen Temperatur  $1/T$  für vier verschiedene Magnetfelder im Bereich zwischen 0,87 mT und 12,8 mT. Zudem ist die spezifische Wärme  $c$  derselben paramagnetischen Probe für sieben unterschiedliche Magnetfelder im Bereich zwischen 1,3 mT und 10,6 mT gezeigt. Die neben den gemessenen Daten eingezeichneten durchgezogenen Kurven entsprechen dabei theoretischen Berechnungen mit Hilfe der zuvor beschriebenen Methode der numerischen Diagonalisierung. Die Berechnungen gehen dabei von einem Wechselwirkungsparameter von  $\alpha = 5$  aus. Im Fall hoher Magnetfelder zeigt die Magnetisierung zu tiefen Temperaturen hin das bereits zuvor diskutierte Sättigungsverhalten, wobei der Sättigungswert jedoch gegenüber dem wechselwirkungsfreien Fall erniedrigt ist. Zu hohen Temperaturen hin beobachtet man hingegen das erwartete Curie-Verhalten. Die spezifische Wärme zeigt den erwarteten Verlauf einer Schottky-Anomalie. Verglichen mit dem Temperaturverlauf der spezifischen Wärme im Modell wechselwirkungsfreier magnetischer Momente ist die Breite des Maximum jedoch etwa doppelt so groß. Beide Effekte wirken sich nachteilig auf magnetische Kalorimeter aus und führen zu einer Reduzierung der Signalgröße.

Bei der Anpassung der theoretischen Berechnungen an die Daten, wird die beste Über-



**Abbildung 3.6:** Magnetisierung  $M$  und spezifische Wärme  $c$  einer mit 300 ppm Erbium (angereichert) dotierten Au:Er-Probe für verschiedene Magnetfelder in Abhängigkeit von der Temperatur  $T$  bzw.  $1/T$ . Bei den eingezeichneten Punkten handelt es sich um gemessene Werte, während die durchgezogenen Linien theoretischen Berechnungen entsprechen, die auf der numerischen Diagonalisierung des Hamilton-Operators basieren ([Fle03]). Die Berechnungen gehen dabei von einem Wechselwirkungsparameter von  $\alpha = 5$  aus.

einstimmung mit einem Wechselwirkungsparameter von  $\alpha = 5$  erreicht. Die Betrachtungen in [Fle03] zeigen jedoch, dass eine Beschreibung der experimentellen Daten auch mit Werten im Bereich zwischen  $\alpha = 3,5$  und  $\alpha = 5$  möglich ist. Hierbei wird zum einen berücksichtigt, dass die für die Messung verwendete supraleitende Detektionsspule das Magnetfeld am Ort der Probe deformiert, so dass das Magnetfeld vom Betrag und der Feldverteilung nicht als vollständig homogen betrachtet werden kann. Zum anderen geht dort in die Überlegung mit ein, dass das benutzte Erbium 2,8% des Isotop  $^{167}\text{Er}$  enthielt, welches ein komplizierteres Energieniveau-Schema besitzt als die restlichen kernspinlosen Erbium-Isotope und nicht in der Rechnung berücksichtigt wurde.

### Kernspinbehaftetes $^{167}\text{Er}$ -Isotop

Die Berücksichtigung der Wechselwirkungen anhand der numerischen Diagonalisierung erfordert im Fall der kernspinlosen Isotope, das Aufstellen und numerische Diagonalisieren von Hamilton-Matrizen mit einem Rang von  $2^n$  und damit  $2^{2n}$  Elementen für jede Konfiguration. Bei einer Darstellungsgenauigkeit von 8 Byte pro Element entspricht dies bei  $n = 12$  magnetischen Momenten einem benötigten Speicherplatz von 128 MB pro Matrix. Würde man nun versuchen, diese Methode auf das kernspinbehaftete  $^{167}\text{Er}$ -Isotop zu erweitern, so würde dies, entsprechend der 16 Energieniveaus zu einer Hamilton-Matrix vom Rang  $16^n$  und damit zu  $16^{2n}$  Elementen führen. Eine entsprechende Matrix mit  $n = 12$  magnetischen Momenten würde dann einen Speicherplatz von utopischen  $6 \cdot 10^{23}$  MB er-

fordern. Um die Wechselwirkungen im Fall des kernspinbehafteten  $^{167}\text{Er}$ -Isotops dennoch zu berücksichtigen, wurde im Rahmen dieser Arbeit ein Algorithmus entwickelt, welcher das Prinzip der Molekularfeld-Näherung aufgreift. Die Idee dabei ist es die Wirkung aller magnetischen Momente auf ein herausgegriffenes magnetisches Moment (Aufspin) in Form eines zusätzlichen effektiven Magnetfeldes, dem sogenannten Molekularfeld  $B_{\text{exch}}$  zu berücksichtigen. In diesem Bild wirkt dann auf den Aufspin effektiv das Magnetfeld:

$$B_{\text{eff}} = B + B_{\text{exch}}. \quad (3.29)$$

Für beliebige magnetische Momente, die zufällig auf einem kontinuierlichen Gitter angeordnet werden, konnte von Walker und Walstedt ([Wal77], [Wal80]) ein analytischer Ausdruck für die Wahrscheinlichkeitsverteilung der dabei auftretenden Molekularfelder hergeleitet werden:

$$P(b) db = \frac{4}{\pi} \frac{b^2}{(1+b^2)^2} db, \quad (3.30)$$

wobei für die Verteilung  $\int_0^\infty P(b) db = 1$  gilt. Die Herleitung dieses Ausdruckes geht dabei von einer Wechselwirkung zwischen den magnetischen Momenten aus, die sich in die Form eines Heisenberg-Spin-Hamilton-Operators darstellen lässt. Die Überlegungen zur RKKY-Wechselwirkung haben gezeigt, dass diese Voraussetzung dort erfüllt ist, während eine Berücksichtigung der Dipol-Dipol-Wechselwirkung mit dieser Methode nicht möglich ist. Die in der Verteilung auftretenden dimensionslosen Molekularfelder  $b$  lassen sich entsprechend der Überlegungen zur RKKY-Wechselwirkung durch eine Umformung des Hamilton-Operators mit den 'realen' Molekularfeldern über

$$B_{\text{exch}}^\pm = \pm 2 \frac{\mu_0}{4\pi} \frac{8\pi x}{3} \frac{\alpha g \mu_B}{4a_0^3} b \quad (3.31)$$

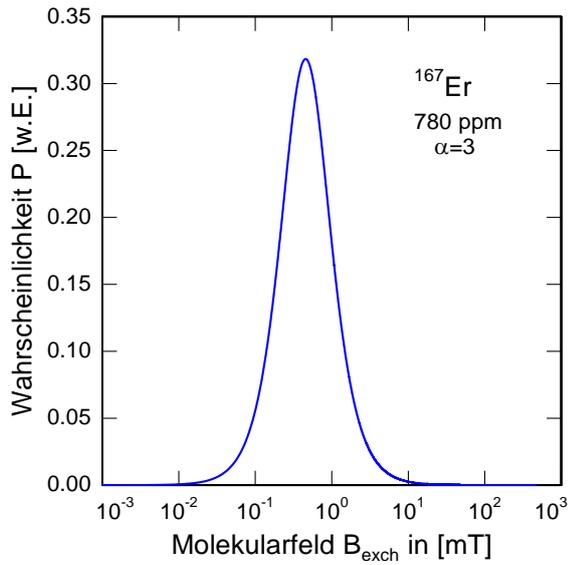
in Beziehung setzen. Bei der Größe  $x$  handelt es sich um die Konzentration der magnetischen Momente. Abbildung 3.7 zeigt die Verteilung der Molekularfelder, die man auf diese Weise für eine mit 780 ppm Erbium dotierte Au:Er-Probe mit einem Wechselwirkungsparameter<sup>7</sup> von  $\alpha = 3$  erhält.

Die Vorzeichen '+' bzw. '-' im Ausdruck 3.31 bestimmen ob das zusätzliche Molekularfeld parallel oder antiparallel bzgl. des äußeren Magnetfeldes ausgerichtet ist. Die Wahrscheinlichkeit der jeweiligen Ausrichtung wird im Folgenden als gleichwahrscheinlich angenommen:

$$w_+ = \frac{1}{2} \quad \text{bzw.} \quad w_- = \frac{1}{2}. \quad (3.32)$$

Ersetzt man im Ausdruck 3.20 das externe Magnetfeld  $B$  durch das effektiv am Ort des Aufspins wirkende Magnetfeld  $B_{\text{eff}}$ , so lässt sich anhand der Ausdrücke 3.6 bis 3.8 die Wärmekapazität  $C^\pm(B, B_{\text{exch}}(b), T)$ , die Magnetisierung  $M^\pm(B, B_{\text{exch}}(b), T)$  und deren Ableitung nach der Temperatur  $\frac{\partial M^\pm}{\partial T}(B, B_{\text{exch}}(b), T)$  in Abhängigkeit von der Temperatur  $T$ , dem äußeren Magnetfeld  $B$  und dem Molekularfeld  $B_{\text{exch}}$  berechnen. Die Zeichen '+'

<sup>7</sup>Die Betrachtungen in Kapitel 10.1.1 zeigen, dass sich die gesputterten Au:Er-Filme am besten mit  $\alpha = 3$  beschreiben lassen.



**Abbildung 3.7:** Verteilung der Molekularfelder für eine mit 780 ppm dotierte  $\text{Au:Er}$ -Probe. Für den Wechselwirkungsparameter der RKKY-Wechselwirkung wurde  $\alpha = 3$  gewählt.

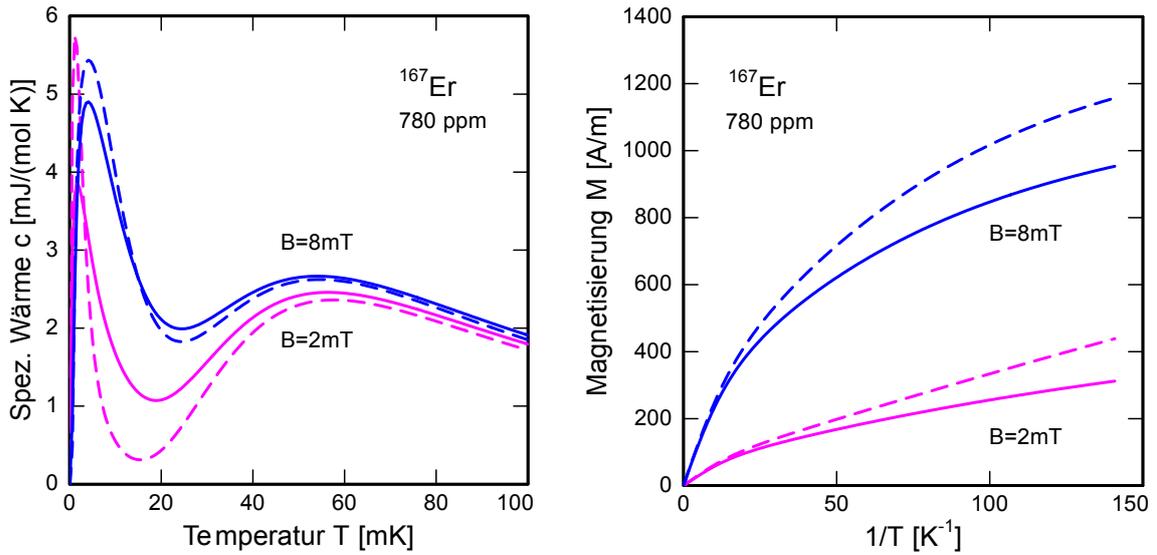
und '+' kennzeichnen dabei ob das Molekularfeld dabei parallel (+) oder antiparallel (-) zum äußeren Magnetfeld angenommen wurde. Faltet man nun diese so erhaltenen Ausdrücke noch mit der Wahrscheinlichkeitsverteilung  $P(b) dB$  der auftretenden Molekularfelder und wichtet diese dann mit der Wahrscheinlichkeit der jeweiligen Orientierung der Molekularfelder, so erhält man für die thermodynamischen Gleichgewichtsgrößen im Fall von  $^{167}\text{Er}$  die Ausdrücke

$$M^{167}(B, T) = \int_0^{\infty} db P(b) [w_+ M^+(B, B_{\text{exch}}(b), T) + w_- M^-(B, B_{\text{exch}}(b), T)]$$

$$\frac{\partial M^{167}}{\partial T}(B, T) = \int_0^{\infty} db P(b) \left[ w_+ \frac{\partial M^+}{\partial T}(B, B_{\text{exch}}(b), T) + w_- \frac{\partial M^-}{\partial T}(B, B_{\text{exch}}(b), T) \right] \quad (3.33)$$

$$C^{167}(B, T) = \int_0^{\infty} db P(b) [w_+ C^+(B, B_{\text{exch}}(b), T) + w_- C^-(B, B_{\text{exch}}(b), T)].$$

Abbildung 3.8 zeigt die so berechnete spezifische Wärme und Magnetisierung für Gold, welches mit  $x = 780$  ppm reinem  $^{167}\text{Er}$  dotiert ist, in Abhängigkeit von der Temperatur für die beiden Magnetfeldern  $B = 2$  mT und  $B = 8$  mT. Die durchgezogenen Linien entsprechen dabei den Berechnungen mit Hilfe der zuvor hergeleiteten Ausdrücke 3.33 und berücksichtigen demnach die RKKY-Wechselwirkung zwischen den magnetischen Momenten. Als Wechselwirkungsparameter wurde hier  $\alpha = 3$  angenommen. Zum Vergleich zeigen die gestrichelten Kurven die Berechnung der thermodynamischen Größen im Modell wechselwirkungsfreier magnetischer Momente (vgl. Kapitel 3.3.1). Es zeigt sich, dass die Aufnahme der RKKY-Wechselwirkung in das Modell zu einem deutlichen Abflachen der Magnetisierung führt. Ein Vergleich der Resultate beider Modelle im Fall der spezifischen Wärme zeigt, dass die Berücksichtigung der Wechselwirkung zu einer Verbreiterung und zu einer Größenabnahme des Maximums führt. Der Effekt ist bei niedrigen Magnetfeldern



**Abbildung 3.8:** Berechnete spezifische Wärme und Magnetisierung von Gold, das mit  $x = 780 \text{ ppm}$  reinem  $^{167}\text{Er}$  dotiert ist, in Abhängigkeit von der Temperatur für die Magnetfelder  $B = 2 \text{ mT}$  und  $B = 8 \text{ mT}$ . Die durchgezogenen Linien entsprechen den Berechnungen unter Berücksichtigung der RKKY-Wechselwirkung zwischen den Erbium-Ionen, während die gestrichelten Linien Berechnungen ohne Wechselwirkung darstellen.

besonders ausgeprägt.

Das Erbium, das im Rahmen dieser Arbeit verwendeten  $\text{Au:Er}$ -Sensors, lag in seiner natürlichen Isotopenzusammensetzung vor. Für die weiteren Berechnungen wurden die thermodynamischen Größen für die  $\text{Au:Er}$ -Sensoren daher anhand der Ausdrücke 3.10 und 3.11 mit  $p^{167} = 22,9\%$  berechnet. Die Größen  $^{167}M$  und  $^{167}C$  ergeben sich hierbei mit Hilfe der Ausdrücke 3.33. Im Gegensatz hierzu wurde für den verwendeten  $\text{Ag:Er}$ -Sensor angereichertes Erbium verwendet, so dass der Einfluss des  $^{167}\text{Er}$ -Isotops vernachlässigt werden konnte.

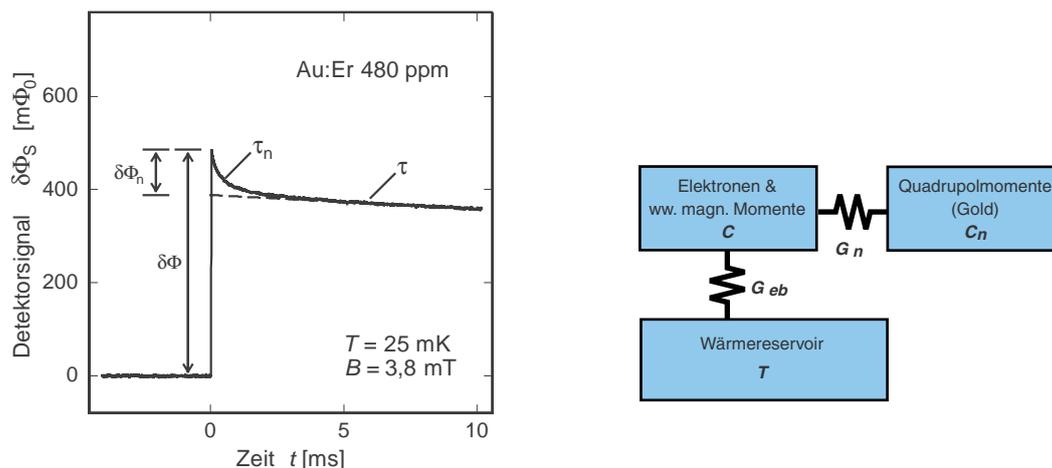
### 3.5 Einfluss des Kernquadrupolmoments von Gold

Ausgehend von den bisherigen Betrachtungen würde man erwarten, dass das durch die Absorption eines Röntgenquants hervorgerufene Detektorsignal nach dem Durchlaufen eines Maximalwerts einen exponentiellen Signalabfall zeigt, wobei die Zeitkonstante  $\tau$  dieses Abfalls durch die Wärmekapazität  $C$  des Detektors und die Wärmeleitfähigkeit  $G$  zwischen dem Sensor und dem Wärmebad festgelegt ist:

$$\Phi(t) = \Phi(0) \cdot e^{-\frac{t}{\tau}} \quad \text{mit} \quad \tau = \frac{C}{G} \quad (3.34)$$

Während dies bei Temperaturen oberhalb von etwa  $50 \text{ mK}$  zutrifft, beobachtet man jedoch bei tieferen Temperaturen für Detektoren die als Sensormaterial  $\text{Au:Er}$  nutzen, dass der

Signalabfall nur noch beschrieben werden kann, wenn man von zwei Relaxationsprozesse ausgeht. Dies äußert sich darin, dass das Signal zunächst schnell abfällt und erst dann zunehmend dem durch 3.34 beschriebene Verlauf folgt. Die Zeitkonstante dieses zusätzlichen Relaxationsprozesses wird im Folgenden mit  $\tau_n$  bezeichnet. Abbildung 3.9 (links) zeigt den Signalverlauf eines mit einem Au:Er-Sensor bestückten Detektors, bei dem die thermische Ankopplung des Sensors an das Wärmebad absichtlich schwach eingestellt wurde. Hierdurch ergibt sich eine besonders lange Thermalisierungszeit  $\tau$ , so dass der durch die Zeitkonstante  $\tau_n$  beschriebene anfängliche Signalabfall  $\delta\Phi_n$  deutlicher zu erkennen ist.



**Abbildung 3.9:** (**links**): Signal eines mit einem Au:Er-Sensor bestückten Detektors bei der Absorption eines Photons mit einer Energie von 122 keV. Der Detektor wurde bei einer Temperatur von 25 mK und einem Magnetfeld von 3,8 mT betrieben. (**rechts**): Thermodynamisches Modell des Detektors zur Erklärung der Signalform.

Diese Beobachtung lässt sich dadurch erklären, dass es neben dem Wärmebad noch ein weiteres thermodynamisches System innerhalb des Sensormaterials gibt, in das die Energie aus dem Spin-System abfließen kann [Fle98, Hor99, Gör01]. Messungen ergaben hierbei, dass die Wärmekapazität dieses Systems zu tiefen Temperaturen hin proportional zu  $T^{-2}$  zunimmt [Her00]. Abbildung 3.9 (rechts) zeigt das entsprechende thermodynamische Modell. Wie die detaillierten Betrachtungen in [Ens00] zeigen, kann dieses zusätzliche System auf die sich in der Umgebung der eingebrachten  $\text{Er}^{3+}$ -Ionen befindlichen Kerne der Gold-Matrix zurückgeführt werden. Im Folgenden sollen die Ergebnisse dieser in [Ens00] durchgeführten Betrachtungen kurz zusammengefasst werden.

Gold besteht in seiner natürlichen Isotopenzusammensetzung zu 100 % aus dem Isotop  $^{197}\text{Au}$ . Dieses besitzt einen Kernspin von  $I = 3/2$  und ein Kernquadrupolmoment von 0,55 barn [Lid03]. Die kubische Symmetrie der Matrix führt im Fall von reinem Gold zu einer Entartung der Energie-Eigenwerte. Folglich werden in reinem Gold keine zusätzlichen Beiträge zur Wärmekapazität beobachtet. Bringt man jedoch  $\text{Er}^{3+}$ -Ionen in die Goldmatrix ein, so wird die kubische Symmetrie gestört. Ausschlaggebend für die Störung der Symmetrie sind hierbei zwei Effekte, die beide zu einem nicht kubischen elektrischen Feldgradienten am Ort der Gold-Kerne führen. Zum einen bewirkt die von den  $\text{Au}^+$ -Ionen

---

abweichenden Größe der Erbium-Ionen eine Verzerrung des fcc-Gitters. Zum anderen besitzen die  $\text{Er}^{3+}$ -Ionen eine dreimal so große formale Ladung wie die  $\text{Au}^+$ -Ionen der Matrix. Der hierdurch bewirkte elektrische Feldgradient führt zu einer Aufhebung der Entartung der Energie-Eigenzustände und damit zu einer zusätzlichen Wärmekapazität. Unterstützt wird dieser Effekt noch durch die Polarisierung der Rumpfelektronen. Die Verstärkung wird dabei durch den sogenannten Sternheimer-Anti-Shielding-Faktor beschrieben, der im Fall von Gold einen Wert von 40,5 besitzt.

Silber setzt sich in seiner natürlichen Isotopenzusammensetzung zu 51,8 % aus dem Isotop  $^{107}\text{Ag}$  und zu 48,2 % aus dem Isotop  $^{109}\text{Ag}$  zusammen. Die beiden stabilen Isotope besitzen dabei beide einen Kernspin von  $I = 1/2$  und tragen daher kein Kernquadrupolmoment. Um die oben beschriebene Erklärung des in  $\text{Au:Er}$  beobachteten zusätzlichen Relaxationsprozesses zu überprüfen, bieten sich daher Messungen mit einer  $\text{Ag:Er}$ -Legierungen an, bei denen dieser Relaxationsprozess nicht beobachtet werden dürfte. Die in Kapitel 10.2.2 beschriebenen Ergebnisse des mit einem  $\text{Ag:Er}$ -Sensor bestückten Detektors werden die oben beschriebene Erklärung noch einmal unterstützen.



## 4. Berechnung des Detektorsignals

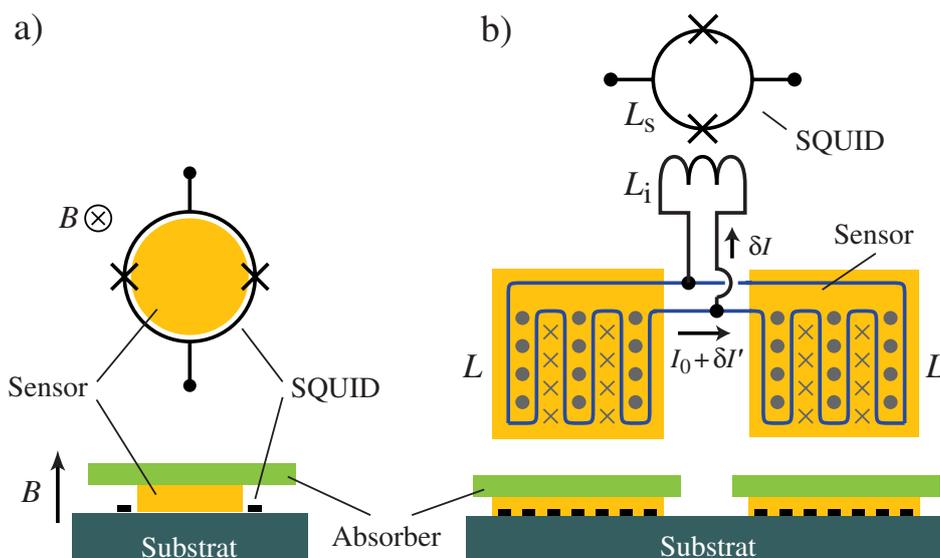
Die Diskussion des Detektorsignals in Kapitel 3.3.1 war eher prinzipieller Natur, da dort die Änderung des gesamten magnetischen Moments des Sensors betrachtet wurde, um von der speziellen Geometrie des Detektors unabhängig zu sein. Um jedoch die zu erwartende Signalgröße  $\delta\Phi/\delta E$ , d.h. die Änderung des magnetischen Flusses pro eingetragener Energie theoretisch vorhersagen zu können, ist es erforderlich die Geometrie des Detektors zu berücksichtigen.

Neben der in der Einleitung beschriebenen Anwendung existieren noch eine Vielzahl weiterer Anwendungen magnetischer Kalorimeter. Jede dieser Anwendungen stellt dabei etwas unterschiedliche Anforderungen an den jeweiligen Detektor. Um diesen Anforderungen hierbei bestmöglich genügen zu können, wurden im Laufe der Zeit eine Reihe unterschiedlicher Auslesegeometrien entwickelt und untersucht. Im Folgenden wird nun die im Rahmen dieser Arbeit verwendete Geometrie und deren Funktionsprinzip vorgestellt. Ferner sollen die Vorteile dieser Geometrie herausgearbeitet sowie ein Ausdruck hergeleitet werden, anhand dessen sich das Detektorsignal berechnen lässt. Abschließend wird auf die Optimierung dieser Anordnung näher eingegangen.

### 4.1 Auslesegeometrie

Abbildung 4.1 zeigt zwei mögliche Anordnungen, wobei die rechts gezeigte Anordnung der Auslesegeometrie entspricht, die im Rahmen dieser Arbeit verwendet wurde. Ausgangspunkt der folgenden Betrachtungen ist zunächst die links dargestellte Geometrie.

Das in Abbildung 4.1 a) gezeigte Design besteht aus einem zylinderförmigen Sensor, der von einer kreisförmigen Leiterschleife eines SQUID-Magnetometers umgeben ist. Sowohl der Sensor als auch das SQUID befinden sich in einem externen homogenen Magnetfeld, welches senkrecht zur Substrat-Oberfläche orientiert ist. Wie in den Querschnittszeichnung angedeutet wird, befindet sich auf dem Sensor optional noch ein Absorber, mit dessen Hilfe die Detektionsfläche vergrößert werden kann. Die Tatsache, dass neben dem Sensor auch das SQUID vom Magnetfeld durchsetzt wird, führt im Fall ungeschirmter Josephson-Kontakte zu einer Reduzierung des kritischen Stromes und damit zu einer Verringerung der Amplitude der Fluss-Spannungs-Kennlinie (vgl. Kapitel 6). Schirmt man die Josephson-Kontakte durch eine zusätzliche supraleitende Schicht vom Magnetfeld ab, so lässt sich der Einfluss auf die Fluss-Spannungs-Kennlinie verringern. Ein Vorteil dieser Anordnung ist die gute magnetische Kopplung zwischen Sensor und SQUID, die durch das direkte Auslesen des Sensors erreicht wird. Bei tiefen Temperaturen führt die Leistungsdissipation des SQUIDs jedoch dazu, dass der SQUID-Chip und somit auch der direkt darauf aufgebrauchte Sensor vom Wärmebad abkoppeln und typischerweise nicht kälter als



**Abbildung 4.1:** Schematische Darstellung zweier möglicher Auslesegeometrien. Die rechte Anordnung entspricht dabei der im Rahmen dieser Arbeit verwendeten Auslesegeometrie.

30 mK werden.

Die Abbildung 4.1 b) zeigt die im Rahmen dieser Arbeit verwendete Auslesegeometrie. Diese unterscheidet sich von der zuvor diskutierten Anordnung zum einen dadurch, dass die zu messende magnetische Flussänderung hier nicht direkt, sondern induktiv über einen supraleitenden Flusstransformator in das SQUID eingekoppelt wird. Der Flusstransformator besteht dabei aus zwei symmetrischen, mäanderförmigen<sup>1</sup> Detektionsspulen und der Einkoppelspule eines Strom-Sensor-SQUIDs. Alle drei Spulen sind dabei supraleitend parallel miteinander verschaltet. Auf jeder der beiden Detektionsspulen ist eine dünne Sensorschicht aufgebracht. Auch hier kann die Detektionsfläche durch die Verwendung eines Absorbers vergrößert werden. Ein weiterer wesentlicher Unterschied beider Anordnungen besteht darin, dass die in dieser Arbeit verwendete Auslesegeometrie anders als die zuvor diskutierte Anordnung kein extern erzeugtes Magnetfeld für die Ausrichtung der Spins innerhalb des Sensors benötigt. Stattdessen wird in dem aus den beiden mäanderförmigen Detektionsspulen bestehenden Stromkreis (blau) ein Dauerstrom  $I_0$  präpariert<sup>2</sup>. Dieser führt zu einem inhomogenen Magnetfeld im Volumen der Sensoren, wodurch es zu der gewünschten Ausrichtung der Spins in den beiden Sensorschichten kommt. Die Ausrichtung erfolgt dabei entlang der Feldlinien und ist damit von Ort zu Ort unterschiedlich. Kommt es nun zu einem Energieeintrag in einem der beiden Sensoren, so führt dies zu einer Änderung der Magnetisierung und damit zu einer Änderung des magnetischen Flusses in der jeweils darunterliegenden Detektionsspule. Der magnetische Fluss in einem vollständig geschlossenen supraleitenden Stromkreis stellt eine Erhaltungsgröße dar. Infolgedessen

<sup>1</sup>Gründe für die Wahl der mäanderförmigen Struktur werden im nächsten Abschnitt erläutert.

<sup>2</sup>Eine mögliche Methode die das Einbringen des Dauerstromes erlaubt und die auch im Rahmen dieser Arbeit verwendet wurde, wird in Kapitel 8.2.3 näher beschrieben.

führt eine solche Flussänderung  $\delta\Phi$  in einer der beiden Detektionsspulen zu einem Strom  $\delta I = \delta\Phi/(L + 2L_i)$  in der Einkoppelspule des SQUIDs. Hierbei steht  $L$  für die Induktivität einer der beiden mäanderförmigen Detektionsspulen und  $L_i$  für die Induktivität der Einkoppelspule des SQUIDs. Dieser Strom  $\delta I$  induziert im SQUID eine Flussänderung  $\delta\Phi_S$ , die schließlich als Messsignal dient. Bei bekannter Gegeninduktivität  $M_{is} = k\sqrt{L_i L_s}$  zwischen der Einkoppelspule ( $L_i$ ) und dem SQUID ( $L_s$ ) lässt sich die Flussänderung anhand des Ausdrucks  $\delta\Phi_S = M_{is}\delta I = k\sqrt{L_i L_s}\delta\Phi/(L + 2L_i)$  berechnen<sup>3</sup>. Eine Herleitung dieses Ausdrucks erfolgt in Kapitel 4.4.

Die Verwendung eines supraleitenden Flusstransformators erlaubt eine räumliche Trennung von SQUID und Sensor. Hierdurch lässt sich die unerwünschte Erwärmung des Sensors durch die Leistungsdissipation des SQUIDs verhindern. Der Sensor koppelt somit nicht vom Wärmebad ab und erreicht tiefere Temperaturen als der Sensor des zuvor beschriebenen Designs.

Die Richtung des Stroms  $\delta I$  in der Einkoppelspule im Fall einer Energiedeposition in einem der beiden Sensoren hängt davon ab, in welchen der beiden Sensoren die Energie eingetragen wird. Nachdem sich damit auch das Vorzeichen der Flussänderung unterscheidet, lassen sich die gemessenen Pulse entsprechend ihrem Vorzeichen eindeutig dem jeweiligen Sensor zuordnen. Dadurch erhält man auf natürliche Weise einen Detektor mit zwei unterscheidbaren Pixeln, der von nur einem SQUID ausgelesen wird.

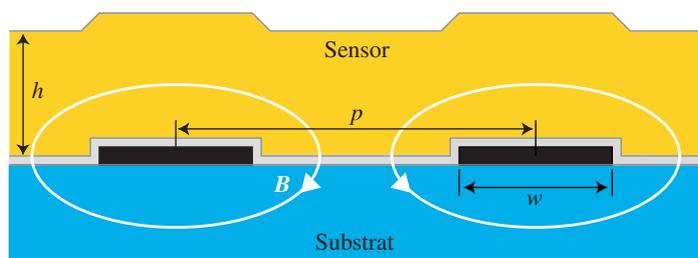
Hiermit eng verknüpft ist die gradiometrische Wirkungsweise der zueinander parallel angeordneten Detektionsspulen. Fluktuationen der Substrattemperatur führen in beiden Sensoren zu den gleichen Temperaturschwankungen. Wäre nun nur einer der beiden Mäander mit einer Sensorschicht bedeckt, so würden diese Schwankungen im SQUID in Form von Fluktuationen des magnetischen Flusses registriert werden und demnach zu einer Beeinträchtigung der Energieauflösung führen. Sind jedoch beide Detektionsspulen mit einer Sensorschicht bedeckt, so führen Schwankungen der Temperatur, die das gesamte Substrat betreffen, bei einem symmetrischen Aufbau der beiden Mäander und der Sensoren zu identischen Flussänderungen in den beiden Detektionsspulen. Nachdem sich die hierdurch im SQUID hervorgerufenen Flussänderungen lediglich im Vorzeichen unterscheiden, heben sich diese gerade auf. Folglich lässt sich hierdurch der durch Temperaturfluktuationen hervorgerufene Rauschanteil stark reduzieren.

## 4.2 Mäanderförmige Detektionsspule

Während sich der vorherige Abschnitt mit der Auslesegeometrie beschäftigt hat, wird sich der folgende Abschnitt mit den Eigenschaften und Besonderheiten mäanderförmiger

---

<sup>3</sup>Mit Hilfe der heute zur Verfügung stehenden Dünnschicht-Technologie ist es möglich im Rahmen der SQUID-Fabrikation die Einkoppelspule des SQUIDs direkt über dem SQUID-Magnetometer zu strukturieren. Dadurch lassen sich für die dimensionslose Kopplungskonstante  $k$  Werte im Bereich zwischen 0,9 und 1 erreichen.



**Abbildung 4.2:** Schematische Darstellung des Querschnitts einer mäanderförmigen Detektionsspule.

Detektionsspulen auseinandersetzen.

Für magnetische Kalorimeter existieren eine Vielzahl möglicher Anwendungen, die alle etwas unterschiedliche Anforderungen an den Detektor stellen. Um diesen Anforderungen zu genügen, wurden im Laufe der Zeit eine Reihe von Auslesegeometrien entwickelt und untersucht. Hierbei zeigte sich, dass ein mit einer mäanderförmigen Detektionsspule ausgestatteter Detektor einen etwas größeren Füllfaktor besitzt, wie ein Detektor, der eine kreisförmigen Detektionsschleife verwendet. Der Füllfaktor gibt dabei das Verhältnis aus dem Integral von  $B^2$  über das Sensorvolumen  $V$  und dem Integral von  $B^2$  über den gesamten Raum an:

$$F = \frac{\int_V B^2 d^3r}{\int B^2 d^3r}. \quad (4.1)$$

Im optimierten Fall (vgl. Kapitel 4.5) nimmt der Füllfaktor für eine mäanderförmige Detektionsspule ein Wert von  $F \cong 0,39$  an. Dieser liegt nah an dem Wert von 0,5, der für einen einseitig mit einem Sensor bestückten Detektor maximal erreicht werden kann.

Vor allem aber zeichnen sich Detektoren, die von einer mäanderförmigen Detektionsspule Gebrauch machen, durch ihre planare Geometrie aus. Damit besitzen sie bezüglich der Mikrostrukturierung eine natürlichere Geometrie als die zylinderförmigen Detektoren und sind so in der Praxis deutlich einfacher zugänglich.

Abbildung 4.2 zeigt einen Teilbereich aus dem Querschnitt einer mäanderförmigen Detektionsspule. Gezeigt sind hierbei zwei Streifen der Detektionsspule die jeweils eine Breite  $w$  besitzen und einen Mitte-zu-Mitte Abstand von  $p$  aufweisen. Die Streifen bestehen aus einem supraleitenden Material (hier: Niob) und werden mit Hilfe eines Dünnschichtverfahrens auf einem Substrat (hier: Saphir) aufgebracht. Die Streifen werden von einer paramagnetischen Sensorschicht der Dicke  $h$  bedeckt, die bei den hier diskutierten Detektoren aus  $\underline{\text{Ag}}:\text{Er}$  bzw.  $\underline{\text{Au}}:\text{Er}$  besteht. Zur Vermeidung elektrischer Kurzschlüsse befindet sich zwischen den Streifen der Detektionsspule und dem Sensor eine dünne nichtleitende Schicht aus  $\text{SiO}_2$ . Der zur Erzeugung des Magnetfeldes eingebrachte Dauerstrom  $I_0$  durchfließt die Streifen abwechselnd jeweils in entgegengesetzter Richtung und erzeugt dabei ein Multipolfeld hoher Ordnung, welches mit größer werdendem Abstand senkrecht zum Substrat schnell abfällt.

Die Tatsache, dass das für die Ausrichtung der Spins erforderliche Feld von den Mäandern selbst erzeugt wird, führt dazu, dass selbst Sensormaterial, welches sich außerhalb der von den Detektionsspulen eingeschlossenen Fläche befindet positiv zum Signal beiträgt.

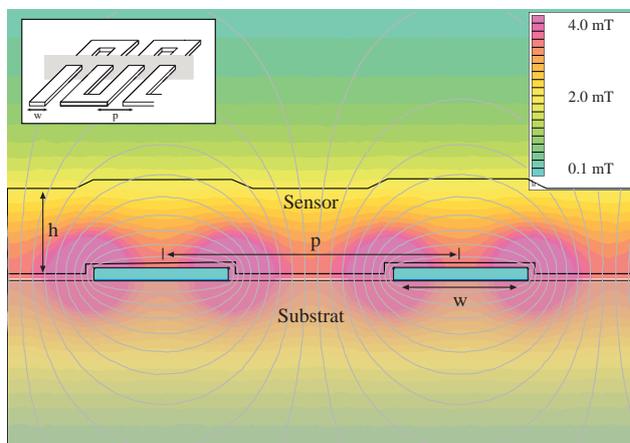
Das externe homogene Magnetfeld der in Abbildung 4.1a) gezeigten Anordnung durchsetzt neben dem Sensor auch das SQUID und führt so, ohne eine zusätzliche Abschirmung der Josephson-Kontakte, zu einer Verringerung der Amplitude der Fluss-Spannungskennlinie des SQUIDs. Dieser Effekt kann für die im Rahmen dieser Arbeit verwendete Auslesegeometrie aufgrund des mit wachsendem Abstand schnell abfallenden Magnetfeldes und der räumlichen Trennung von SQUID und Sensor vernachlässigt werden.

Zukünftige Bestrebungen zielen auf die Fabrikation ganzer Detektor-Arrays ab. Zum einen lassen sich dadurch größere Detektionsflächen erreichen und zum anderen besäße eine solche Anordnung den Vorteil neben einer Energieauflösung auch eine Ortsauflösung zu besitzen. Vorteilhaft ist dabei auch die höhere Gesamtzählraten, die sich hiermit erreichen läßt. Das schnelle Abfallen des Feldes im Fall mäanderförmiger Detektionsspulen wird hierbei von zentraler Bedeutung sein, da sich hierdurch ein Übersprechen zwischen den einzelnen Detektoren einer solchen Anordnung erheblich reduzieren läßt.

Das mit dem Abstand vom Substrat exponentiell abfallende Magnetfeld ist insbesondere bei der Verwendung supraleitender Absorber von großer Bedeutung, da sich zwar der Sensor in einem hohen Magnetfeld befindet, nicht aber der darauf aufgebrachte Absorber [Hau06]. Dies stellt sicher, dass das Magnetfeld im Bereich des Absorbers nicht den Wert des kritischen Magnetfeldes erreicht und der Absorber supraleitend bleibt.

### 4.3 Magnetfeldverteilung

Wie bereits erwähnt wurde, ist das Magnetfeld, welches durch den in den Detektionsspulen präparierten Dauerstrom  $I_0$  hervorgerufen wird, sowohl hinsichtlich seines Betrages als auch in seiner Richtung stark inhomogen. Eine analytische Berechnung der Magnetfeldverteilung dieser Anordnung ist mühsam. Da diese aber, wie wir später sehen werden, für die Berechnung des Detektorsignals erforderlich ist, wurde das Finite-Elemente-Programm FEMM<sup>4</sup> zur Bestimmung der Magnetfeldverteilung eingesetzt.

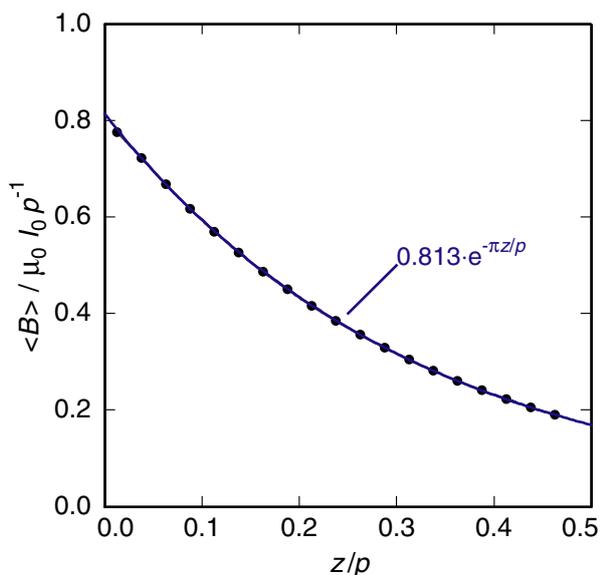


**Abbildung 4.3:** Numerisch berechnete Magnetfeldverteilung für eine mäanderförmige Detektionsspule. Die Niob-Streifen haben dabei eine Strukturbreite von  $w = 4,25 \mu\text{m}$ , eine Höhe von  $500 \text{ nm}$  und besitzen einen Mitte-zu-Mitte-Abstand von  $p = 10 \mu\text{m}$ . Die Finite-Elemente-Simulation geht ferner von einem Dauerstrom von  $I_0 = 50 \text{ mA}$  aus.

<sup>4</sup>FEMM: Finite Element Method Magnetics (Version 4.0) von David Meeker, Freeware: <http://femm.foster-miller.net>.

Für die Berechnung des Magnetfeldes wurde vereinfachend angenommen, dass die Detektionsspule supraleitend ist und sich völlig diamagnetisch verhält. Nachdem mit Hilfe des Finite-Elemente-Programms FEMM nur die Lösung von quasi-zwei-dimensionalen Problemen möglich ist, wurden die U-förmigen Querverbindungen an den Enden der Streifen der Detektionsspule vernachlässigt. So lässt sich die Detektionsspule auf ein zwei-dimensionales Problem abbilden und lösen. Berücksichtigt man, dass die Strukturbreite  $w = 4,25 \mu\text{m}$  der Niob-Leiterbahnen einer Detektionsspule deutlich kleiner ist als die laterale Ausdehnung der mäanderförmigen Detektionsschleife von 1 mm so wird deutlich, dass Randeffekte eine nur untergeordnete Rolle spielen. Dies rechtfertigt zum einen die Vernachlässigung der Querverbindungen im oben genannten Fall und zum anderen den Einsatz periodischer Randbedingungen. Die mäanderförmige Detektionsspule wird demnach durch quasi unendlich viele nebeneinander angeordnete unendlich lange Niob-Streifen angenähert, die abwechselnd von den Strömen  $+I_0$  und  $-I_0$  durchflossen werden. Für die hier verwendeten Er-Konzentrationen besitzt die magnetische Suszeptibilität der Au:Er- bzw. Ag:Er-Legierungen in dem für uns relevanten Temperaturbereich einen nur geringen Wert ( $\chi < 0,2$ ). Dementsprechend ist der Einfluss der Sensorschicht auf das Magnetfeld nur gering und wurde nicht berücksichtigt.

Abbildung 4.3 zeigt die auf diese Weise berechnete Magnetverteilung exemplarisch für eine Detektionsspule mit einer Strukturbreite von  $w = 4,25 \mu\text{m}$ , einem Mitte-zu-Mitte-Abstand von  $p = 10 \mu\text{m}$  und einer Höhe der Niob-Struktur von 500 nm. Für den Strom wurde ein Wert von  $I_0 = 50 \text{ mA}$  gewählt. Basierend darauf, dass das Magnetfeld  $B(\mathbf{r})$  an einem beliebigen Ort  $\mathbf{r}$  proportional zum 'eingefrorenen' Dauerstrom  $I_0$  ist, lässt sich die Magnetfeldverteilung für jeden beliebigen anderen Strom durch eine einfache Skalierung ermitteln.

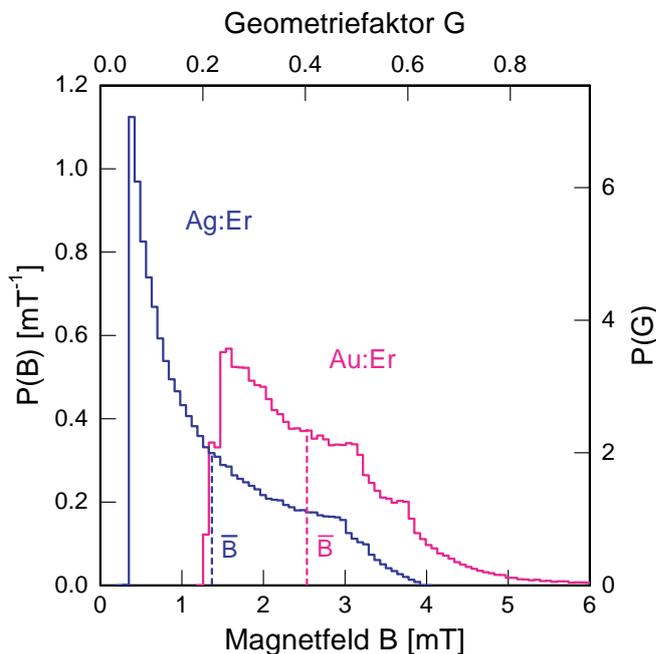


**Abbildung 4.4:** Betrag des mittleren Magnetfeldes einer sich im Abstand  $z$  über dem Mäander befindlichen dünnen Schicht als Funktion dieses Abstands. Der Nullpunkt des vertikalen Abstands wurde so gewählt, dass er mit der Oberfläche der isolierenden  $\text{SiO}_2$ -Lage zusammenfällt, welche die mäanderförmige Detektionsspule bedeckt. Die Berechnung geht dabei von den gleichen Abmaßen für die Detektionsspule aus wie sie für die im Zusammenhang mit Abbildung 4.3 beschriebenen Anordnung angegeben wurden.

Abbildung 4.4 zeigt den mittleren Magnetfeldbetrag innerhalb einer dünnen Schicht des paramagnetischen Sensors als Funktion des Abstandes  $z$  zwischen dieser betrachteten Schicht und der Oberfläche der isolierenden  $\text{SiO}_2$ -Schicht, welche auf der Detektionsspule

aufgebracht ist. Es zeigt sich, dass das mittlere Magnetfeld mit wachsender Distanz  $z$  exponentiell abfällt.

Die Betrachtungen zur Berechnung des Detektorsignals im nächsten Kapitel werden zeigen, dass sich das Detektorsignal entweder direkt aus der Ortsabhängigkeit des Magnetfeldes oder aber aus der Häufigkeitsverteilung  $P(B)$  der auftretenden Magnetfelder berechnen lässt. Die Größe  $P(B)dB$  gibt dabei an mit welcher Häufigkeit ein Magnetfeld auftritt, dessen Betrag im Intervall  $[B, B + dB]$  liegt, wobei  $\int P(B)dB = 1$  gilt. Die Häufigkeitsverteilung kann bestimmt werden, indem man den Betrag, der im Sensor auftretenden Magnetfelder für eine möglichst große Anzahl von homogen über den Sensor verteilten Punkten ermittelt und in einem Histogramm aufträgt.



**Abbildung 4.5:** Häufigkeitsverteilungen der auftretenden Magnetfelder für die beiden im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Aufbauten. Während die  $3.5\ \mu\text{m}$  dicke Au:Er-Sensorschicht im Fall des Au:Er-Aufbau direkt auf dem Mäander aufgebracht war, wurde der  $7,25\ \mu\text{m}$  dicke Ag:Er-Sensor aufgeklebt und ist folglich durch eine etwa  $420\ \text{nm}$  dicke Klebeschicht vom Mäander getrennt. Es wurde hier von einem Dauerstrom von  $I_0 = 50\ \text{mA}$  ausgegangen.

Abbildung 4.5 zeigt die auf diese Weise ermittelten Häufigkeitsverteilungen der auftretenden Magnetfelder für die beiden im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Aufbauten, wobei von einem Dauerstrom von  $I_0 = 50\ \text{mA}$  ausgegangen wurde. Bei dem Sensor des Ag:Er-Aufbaus handelt es sich dabei um eine  $7,25\ \mu\text{m}$  dicke Ag:Er-Folie, die auf die Detektionsspule aufgeklebt wurde und durch eine  $420\ \text{nm}$  dicke Klebeschicht von dieser getrennt ist. Im Gegensatz dazu besteht der Sensor im Fall des Au:Er-Aufbaus aus einer  $3,5\ \mu\text{m}$  dicken Au:Er-Schicht die anhand eines Mikrostrukturierungsverfahrens direkt auf die Detektionsspule aufgebracht wurde (vgl. hierzu Kapitel 8.2.4). In beiden Fällen wurde zudem berücksichtigt, dass sich zwischen der Sensorschicht und der Detektionsspule noch eine etwa  $300\ \text{nm}$  dicke Isolationsschicht aus  $\text{SiO}_2$  und eine etwa  $400\ \text{nm}$  dicke Gold-Thermalisierungsschicht befinden, die so den Abstand zwischen Sensor und Detektionsspule vergrößern. Nachdem das Sensormaterial wie oben bereits erwähnt einen nur geringen Einfluss auf das Magnetfeld hat, ist der Grund für die unterschiedlichen Kurvenverläufe fast ausschließlich durch die Dicke und den unterschiedlichen Abstand der beiden Sensorschichten von der Detektionsspule gegeben. Die Tatsache, dass die Häufigkeitsver-

teilung des Ag:Er-Aufbaus im Vergleich zu der Verteilung des Au:Er-Aufbaus deutlich zu kleineren Magnetfeldern hin verschoben ist, resultiert daraus, dass der Sensor zum einen etwa zweimal so dick und zum anderen durch die Klebeschicht weiter von der Detektionsspule entfernt ist und sich damit im Bereich kleinerer Magnetfelder befindet.

## 4.4 Berechnung des Detektorsignals

Das folgende Kapitel wird sich mit der theoretischen Berechnung des Detektorsignals auseinandersetzen. Dazu soll in Abschnitt 4.4.1 zunächst die Flussänderung berechnet werden, die sich in einer mäanderförmigen Detektionsspule ergibt, wenn es zu einer Enegiedeposition in der darüberliegenden Sensorschicht kommt. Diese Flussänderung wiederum führt zu einer Flussänderung im SQUID, die schließlich als Messsignal dient. Ziel des Abschnitts 4.4.2 wird es daher sein einen Ausdruck herzuleiten, der es erlaubt aus der zuvor berechneten Flussänderung in einer Detektionsspule, die sich ergebende Flussänderung im SQUID zu berechnen.

### 4.4.1 Flussänderung in einer mäanderförmigen Detektionsspule

Als Ausgangspunkt der folgenden Diskussion soll hier erneut die in Abbildung 4.1a gezeigte Anordnung dienen. Eine Änderung des magnetischen Moments  $\delta m$  des Sensors führt dabei zu einer Änderung des magnetischen Flusses  $\delta\Phi$  in der Leiterschleife des SQUID-Magnetometers, die durch

$$\delta\Phi = \mu_0 \frac{G}{r} \delta m \quad (4.2)$$

gegeben ist. Dabei bezeichnet  $r$  den Radius der Leiterschleife, während  $G$  ein Maß dafür ist, wie stark die Änderung des magnetischen Moments in Form einer Flussänderung in die Detektionsschleife einkoppelt. Nachdem dies zum einen von der relativen Lage des Sensors bzgl. der Leiterschleife abhängt und zum anderen von der Richtung in die die Änderung des magnetischen Moments zeigt, bezeichnet man  $G$  als sogenannten Geometriefaktor<sup>5</sup>.

Der wesentliche Unterschied, der bei der Berechnung des Detektorsignals im Fall einer mäanderförmigen Detektionsspule berücksichtigt werden muss ist, dass der Sensor von einem stark inhomogenen Magnetfeld durchsetzt ist. Damit ist aber auch die Magnetisierung  $M$  eine ortsabhängige Größe, deren Betrag und Richtung innerhalb des Sensorvolumens stark variiert. Formal bietet sich für Detektoren mit einer mäanderförmigen Detektionsspule ein zu Ausdruck 4.2 äquivalenter Ansatz an:

$$d(\delta\Phi) = \mu_0 \frac{G(\mathbf{r}/p)}{p} \delta M(\mathbf{r}) dV. \quad (4.3)$$

<sup>5</sup>Ist der Sensordurchmesser sehr viel kleiner als der Durchmesser der SQUID-Schleife, so lässt sich der Geometriefaktor analytisch berechnen und man erhält einen Wert von  $G = 1/2$  [Fle98]

Hierbei entspricht  $d(\delta\Phi)$  der Flussänderung im Mäander, die von einer Änderung des magnetischen Moments  $\delta m = \delta M(\mathbf{r})dV$  im Volumenelement  $dV$  am Ort  $\mathbf{r}$  im Sensor hervorgerufen wird. Die Größe  $G$  besitzt auch hier die Bedeutung eines dimensionslosen Geometriefaktors. Während der im Rahmen der zylinderförmigen Geometrie betrachtete Geometriefaktor jedoch als Mittelwert über das gesamte Sensorvolumen zu verstehen war, beschreibt der hier betrachtete Faktor, die lokale Kopplung zwischen der Änderung des magnetischen Moments des betrachteten Volumenelements und der dadurch im Mäander verursachten Flussänderung.

Unter Verwendung des Ausdrucks 2.2 und anschließender Integration über das gesamte Sensorvolumen  $V$  erhält man für die Signalgröße in der mäanderförmigen Detektionsspule pro eingetragener Energie den Zusammenhang:

$$\frac{\delta\Phi}{\delta E} = \frac{1}{C_{\text{abs}} + \int_V c_{\text{sens}}(\mathbf{r})dV} \int_V \mu_0 \frac{G(\mathbf{r}/p)}{p} \frac{\partial M(B(\mathbf{r}, t))}{\partial T} dV, \quad (4.4)$$

wobei  $c_{\text{sens}}$  hier die spezifische Wärme des Sensors pro Volumen und  $C_{\text{abs}}$  die Wärmekapazität eines optional auf dem Sensor aufgetragenen Absorbers darstellt.

Die Tatsache, dass es sich sowohl beim Geometriefaktor als auch beim Betrag des Magnetfeldes um ortsabhängige Größen handelt, lässt eine Berechnung des Signals deutlich schwieriger erscheinen, als im Falle eines homogenen Magnetfeldes für die zylinderförmige Geometrie. In [Bur04] wurde jedoch gezeigt, dass zwischen dem ortsabhängigen Geometriefaktor  $G(\mathbf{r}/p)$  und dem durch den Dauerstrom  $I_0$  erzeugten Magnetfeld  $B(\mathbf{r})$  ein einfacher Zusammenhang existiert:

$$B(\mathbf{r}) = \mu_0 G(\mathbf{r}/p) \frac{I_0}{p}. \quad (4.5)$$

Die Abhängigkeit des Geometriefaktors von der jeweiligen Position im Sensor reduziert sich demnach auf eine Abhängigkeit vom Betrag des am betrachteten Ort herrschenden Magnetfeldes. Da auch die thermodynamischen Größen nur über den Betrag des Magnetfeldes vom Ort abhängen, bietet es sich an, die Integration über das Sensorvolumen durch eine Integration über die auftretenden Magnetfeldbeträge bzw. die entsprechenden Geometriefaktoren zu ersetzen. Da der Beitrag zweier beliebiger Volumenelemente zum Gesamtsignal immer dann gleich ist, wenn das Magnetfeld am Ort der beiden Volumenelemente den gleichen Betrag besitzt, ist eine Berechnung anhand der im letzten Abschnitt bestimmten Häufigkeitsverteilungen  $P(B)$  bzw.  $P(G)$  möglich. Definiert man den gewichteten Mittelwert der Größe  $X$  als

$$\langle X \rangle = \int P(B) X dB, \quad (4.6)$$

so erhält man für die Signalgröße im Mäander den Ausdruck:

$$\frac{\delta\Phi}{\delta E} = \frac{V}{C_{\text{abs}} + V \langle c_{\text{sens}} \rangle} \left\langle \mu_0 \frac{G}{p} \frac{\partial M}{\partial T} \right\rangle. \quad (4.7)$$

#### 4.4.2 Flussänderung im SQUID-Magnetometer

Der Eintrag einer Energiemenge  $\delta E$  in einem der beiden Sensoren führt zu einer Flussänderung  $\delta\Phi$  in der darunter liegenden Detektionsspule, die mit Hilfe des Ausdrucks 4.7 berechnet werden kann. Diese Änderung des Flusses wird über die parallel zu den beiden Detektionsspulen verschaltete Einkoppelspule in Form einer Flussänderung  $\delta\Phi_S$  in das SQUID übertragen und dort nachgewiesen. Die Größe der Flussänderung  $\delta\Phi_S$  hängt dabei von der Induktivität  $L$  eines Mäanders, der Induktivität der Einkoppelspule  $L_i$ , der Induktivität der Bonddrähte über die die Einkoppelspule mit den beiden mäanderförmigen Detektionsspulen verschaltet ist und der Gegeninduktivität  $M_{is} = k\sqrt{L_i L_s}$  zwischen der Einkoppelspule und dem Detektor-SQUID ab.

Ausgehend von der Flusserhaltung und der Kirchhoffschen Knotenregel lässt sich, wie in [Bur04] gezeigt wurde, ein Ausdruck für den durch die Einkoppelspule des SQUIDS fließenden Strom  $\delta I$ , der durch eine Flussänderung  $\delta\Phi$  in einem der beiden Mäander hervorgerufen wird, berechnen:

$$\delta I = \frac{\delta\Phi}{L + 2(L_i + L_w)}. \quad (4.8)$$

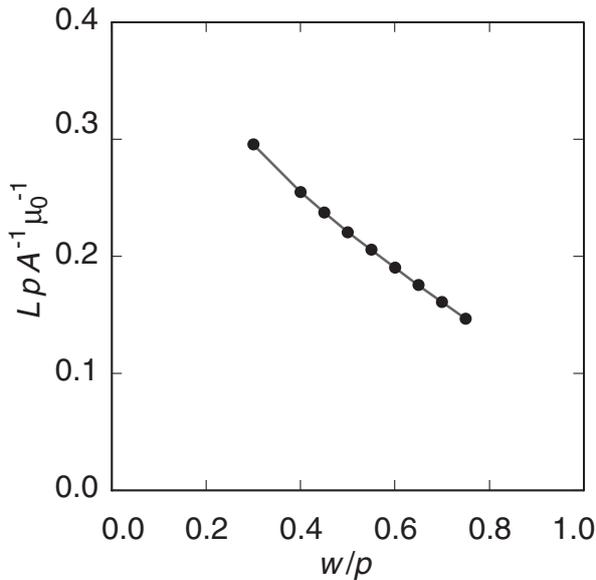
Bei der Herleitung dieses Ausdrucks wurde davon ausgegangen, dass ein Übersprechen zwischen den beiden Sensoren aufgrund des vergleichsweise großen Abstands der beiden Mäander vernachlässigt werden kann. Multipliziert man nun diesen Strom noch mit der Gegeninduktivität  $M_{is}$  zwischen SQUID und Einkoppelspule so erhält man für die im SQUID nachweisbare Flussänderung  $\delta\Phi_S$  den Zusammenhang:

$$\delta\Phi_S = M_{is}\delta I = \frac{k\sqrt{L_i L_s}}{L + 2(L_i + L_w)}\delta\Phi. \quad (4.9)$$

Wie im Zusammenhang mit der Berechnung der Magnetfeldverteilung gezeigt wurde, können die durch die endliche Größe des Mäanders hervorgerufenen Randeffekte vernachlässigt werden. Dies erlaubt es uns die Induktivität  $L$  eines Mäanders durch die Integration der Feldenergie  $E = \frac{1}{2}LI^2$  im Rahmen der Finiten-Elemente-Simulation (vgl. Kapitel 4.3) zu bestimmen. Es ergibt sich der einfache Zusammenhang

$$L = \ell\mu_0 \frac{A}{p}. \quad (4.10)$$

Dabei bezeichnet  $p$  den zuvor eingeführten Mitte-zu-Mitte-Abstand zweier Mäanderstreifen,  $A$  entspricht der Fläche des Mäanders und bei  $\ell$  handelt es sich um einen dimensionslosen Faktor der von dem Verhältnis  $w/p$  abhängt. Die genaue Abhängigkeit des Faktors  $\ell$  von der relativen Breite  $w/p$  ist in Abbildung 4.6 gezeigt. Wie zu erwarten ist nimmt der Faktor und damit auch die Induktivität  $L$  des Mäanders mit größer werdendem Abstand  $p - w$  zwischen den Streifen zu. Für  $w/p = 0,425$  ergibt sich ein Wert von  $\ell = 0,246$ , und im Fall von  $w/p = 0,5$  erhält man  $\ell = 0,220$ .



**Abbildung 4.6:** Induktivität eines Mäanders als Funktion der relativen Strukturweite  $w/p$ . Dargestellt ist dabei genau genommen der dimensionslose Faktor  $\ell$ .

Die parallel zueinander verschalteten Mäander sind auf einem mikrostrukturierten Chip aus Saphir aufgebracht, wohingegen sich die Einkoppelpule und das SQUID auf einem separaten Chip befinden. Während im Fall des Au:Er-Aufbaus als auch im Fall des Ag:Er-Aufbaus der baugleiche Detektor-Chip verwendet wurde, wurden beide Aufbauten mit etwas unterschiedlichen SQUID-Chips betrieben. Tabelle 4.1 gibt einen Überblick über die in diesen Experimenten verwendeten SQUID-Chip-Typen und deren Induktivitäten. Ferner sind die über FEMM-Simulationen grob abgeschätzten 'parasitären' Induktivitäten der Bondverbindungen<sup>6</sup>  $L_w$  und die anhand von Gleichung 4.10 berechnete Induktivität  $L$  einer mäanderförmigen Detektionsspulen angegeben.

Setzt man diese Induktivitäten in Gleichung 4.9 ein, so wird deutlich, dass im Fall des Ag:Er-Aufbaus nur etwa 1% und im Fall des Au:Er-Experimentes sogar nur 0,7% der ursprünglichen Flussänderung  $\delta\Phi$  im Detektor-SQUID registriert wird. Ausschlaggebend für diesen scheinbaren 'Signalverlust' ist vorallem die Tatsache, dass die Induktivität  $L_s$  des Detektor-SQUIDs deutlich kleiner als die Induktivität  $L$  des Mäanders ist. Dies wurde bewußt so gewählt, da SQUIDs mit einer großen Induktivität  $L_s$  aufgrund parasitärer Effekte ein sehr großes Rauschen besitzen. Ein fast nicht nennenswerter Beitrag wird dadurch verursacht, dass die Induktivität der jeweiligen Einkoppelpule nicht optimal<sup>7</sup> an die Induktivität des Mäanders angepasst ist.

<sup>6</sup>Die auf dem SQUID-Chip verlaufenden Zuleitungen der Einkoppelpule des Detektor-SQUIDs besitzen im Fall des Au:Er-Aufbaus einen nicht vernachlässigbaren Beitrag zur 'parasitären' Induktivität. Dieser Beitrag wurde über FEMM-Simulationen grob abgeschätzt und ist hier in dem Wert für die Induktivität der Bondverbindung des Au:Er-Aufbaus enthalten.

<sup>7</sup>In [Bur04] wurde gezeigt, dass es für eine optimale Kopplung zwischen Einkoppelpule und Detektionsspule erforderlich ist, die Induktivität der Einkoppelpule gemäß der Beziehung  $L_i = 2L$  an die Induktivität der Detektionsspule anzupassen. Unter Vernachlässigung der parasitären Induktivität der Bondverbindungen ist die Flussänderung im Detektor-SQUID im optimierten Fall um den Faktor  $\frac{1}{2\sqrt{2}}\sqrt{L_s/L}$  reduziert.

	<u>Au:Er-Aufbau</u>	<u>Ag:Er-Aufbau</u>
Mäanderinduktivität $L$	27,6 nH	27,6 nH
Detektor-SQUID	Typ: VC1A von der IPHT Jena	Typ: C4XS116W von der PTB Berlin
$L_i$	4.5 nH	23.2 nH
$M_{is}$	0.345 nH	0.940 nH
$L_s$	$\approx 26.5$ pH	$\approx 38.0$ pH
Verstärker-SQUID	Typ: C1C08X25B von der PTB Berlin	auf dem gleichen Chip integriert
Kabelinduktivität $L_w$	5 nH	3 nH

**Tabelle 4.1:** Überblick über die bei dem Au:Er-Aufbau und Ag:Er-Aufbau auftretenden Induktivitäten und verwendeten SQUID-Magnetometer-Typen.

## 4.5 Optimierung des Signal-zu-Rauschen-Verhältnisses

Die erreichbare Energieauflösung eines magnetischen Kalorimeters wird durch das Signal-zu-Rauschen-Verhältnis  $S$  des Detektors bestimmt. Das Flussrauschen des SQUIDs  $\sqrt{S_\Phi}$ , bezogen auf die Detektionsspule, erweist sich als proportional zur Wurzel aus der Induktivität  $L$  der Detektionsspule [Fle05] und liefert einen großen Beitrag zum Gesamtrauschen des Detektorsignals. Daher bietet sich die folgende Definition an

$$S = \frac{\delta\Phi/\delta E}{\sqrt{L}}. \quad (4.11)$$

Um den Detektor hinsichtlich der Energieauflösung zu optimieren ist es erforderlich das so definierte Signal-zu-Rauschen-Verhältnis  $S$  zu maximieren. Mit Hilfe des Ausdrucks 4.7, der die Flussänderung pro Energieeintrag für einen Detektor mit mäanderförmiger Detektionsspule beschreibt und des Ausdrucks 4.10 für die Induktivität eines Mäanders, ergibt sich der Zusammenhang:

$$S = \sqrt{\frac{\mu_0}{\ell}} \frac{h\sqrt{A/p}}{C_{\text{abs}} + Ah\langle c_{\text{sens}} \rangle} \left\langle G \frac{\partial M}{\partial T} \right\rangle. \quad (4.12)$$

wobei  $h$  hier der Höhe und  $A$  der Fläche des Sensors entspricht.

Damit stellt das Signal-zu-Rauschen-Verhältnis  $S$  eine Funktion dar, die von insgesamt 9 Parametern abhängt:

$$S = S(C_{\text{abs}}, g, \alpha, T, x, \bar{B}, A, \xi, w/p). \quad (4.13)$$

Neben den bereits bekannten Größen, taucht hier erstmalig die Größe  $\xi = h/p$  als Parameter auf. Diese ist hierbei als Verhältnis aus der Sensordicke  $h$  und dem Mitte-zu-Mitte-

Abstand  $p$  zweier Mäanderstreifen definiert.

Einige der Parameter sind durch die Anforderungen der Anwendung bereits fest vorgegeben. Dazu zählt zum einen die Arbeitstemperatur  $T$ , die durch die zur Verfügung stehende Kühlmethode bestimmt wird. Zum anderen erfordert das durchzuführende Experiment meist eine bestimmte Detektionsfläche und Quanteneffizienz. Damit ist aber das Volumen und bei bekanntem Absorbermaterial auch die Wärmekapazität des Absorbers festgelegt. Durch die Wahl des Sensormaterials sind ferner der  $g$ -Faktor der paramagnetischen Ionen und der Wechselwirkungsparameter  $\alpha$  bestimmt. Die Betrachtungen zur Optimierung des Detektors in [Fle05] gehen daher von einer festen Arbeitstemperatur, einer festen Wärmekapazität des Absorbers und einem fest vorgegebenen Sensormaterial aus. Die Aufgabe besteht nun darin die restlichen Parameter so zu bestimmen, dass sie zu einem maximalen Signal-zu-Rauschen-Verhältnis führen. Diese Optimierung kann nur numerisch durchgeführt werden. Dabei stützt sich die Beschreibung des Sensormaterials auf die in Kapitel 3.4.2 beschriebene Methode der numerischen Diagonalisierung. In Tabelle 4.2 ist eine Zusammenfassung der Ergebnisse dieser Optimierung gezeigt. Die letzte Spalte zeigt exemplarisch die optimalen Werte, die sich für einen Absorber mit einer Wärmekapazität von  $1 \text{ nJ/K}$  bei einer Temperatur von  $T = 20 \text{ mK}$  und einem Mitte-zu-Mitte-Abstand von  $p = 10 \text{ }\mu\text{m}$  ergeben, wenn man von einer Au:Er-Legierung mit einem Wechselwirkungsparameter<sup>8</sup> von  $\alpha = 3$  und einem Landé-Faktor von  $g = 6,8$  ausgeht.

Aus der Optimierungsrechnung ergibt sich die Bedingung  $C_{\text{abs}} = Ah \langle c_{\text{sens}} \rangle$ . Demnach sollte die Wärmekapazität des Absorbers mit der Wärmekapazität des Sensors übereinstimmen. In [Fle05] wurde ferner gezeigt, dass eine Optimierung, die für die Geometrie des Detektors charakteristischen Größen  $w/p$  und  $\xi = h/p$  unabhängig von den verwendeten Materialien und der Arbeitstemperatur  $T$  durchgeführt werden kann. Ein Maximum für das Signal-zu-Rauschen-Verhältnis  $S$  ergibt sich dabei für  $\xi_{\text{opt}} = 0,36$  und  $(w/p)_{\text{opt}} = 0,425$ . Da die optimale Höhe des Sensors bei vorgegebenem Mitte-zu-Mitte Abstand  $p$  bereits über  $h_{\text{opt}} = 0,36 \times p$  bestimmt ist und die Wärmekapazität in der Regel durch die Anwendung vorgegeben ist, wird durch die Forderung  $C_{\text{abs}} = Ah \langle c_{\text{sens}} \rangle$  die optimale Fläche des Sensors festgelegt. Somit ist dann auch die optimale Induktivität des Mäanders gemäß  $L_{\text{opt}} = 4,7 \cdot 10^{-13} \text{ Hm}^2 \text{ K}^2 \text{ J}^{-1} \times C_{\text{abs}} g^2 \alpha T^{-1} p^{-2}$  bestimmt. Für den optimalen Dauerstrom  $I_{\text{opt}}$  bzw. das optimale mittlere Magnetfeld  $\bar{B}_{\text{opt}}$  ergibt sich der Zusammenhang  $I_{\text{opt}} = 2,9 \cdot 10^6 \text{ Am}^{-1} \text{ K}^{-1} \times T g^{-1} p$  bzw.  $\bar{B}_{\text{opt}} = 1,8 \text{ TK}^{-1} \times T g^{-1}$  und für die optimale Konzentration erhält man den Ausdruck  $x_{\text{opt}} = 9,2 \text{ K}^{-1} \times T g^{-2} \alpha^{-1}$ .

Die hier diskutierte Optimierungsrechnung geht von einer durch die Anwendung vorgegebenen Wärmekapazität aus. Für die im Rahmen dieser Arbeit verwendeten Detektoren wurde zunächst jedoch auf einen Absorber verzichtet. Dennoch wurden die oben genannten Parameter des Detektors bereits im Hinblick auf die späteren Anwendungen mit Absorber optimiert. Der Detektor wurde dabei für eine Absorberwärmekapazität von  $1 \text{ nJ/K}$  bei einer Temperatur von  $T = 20 \text{ mK}$  und einer aus Au:Er bestehenden Sensorschicht

<sup>8</sup>Die Betrachtungen in Kapitel 10.1.1 zeigen, dass sich die gesputterten Au:Er-Filme am besten mit  $\alpha = 3$  beschreiben lassen.

Optimale Parameter		Beispiel: $p = 10 \mu\text{m}$ $C_{\text{abs}} = 1 \text{ nJ/K}$ , $\alpha = 3$ $T = 20 \text{ mK}$ , $g = 6,8$
$\bar{B}_{\text{opt}} =$	$1,8 \text{ TK}^{-1} \times Tg^{-1}$	5,3 mT
$I_{\text{opt}} =$	$2,9 \cdot 10^6 \text{ Am}^{-1}\text{K}^{-1} \times Tg^{-1}p$	85 mA
$x_{\text{opt}} =$	$9,2 \text{ K}^{-1} \times Tg^{-2}\alpha^{-1}$	1325 ppm
$\langle c \rangle_{\text{opt}} =$	$1,8 \cdot 10^6 \text{ Jm}^{-3}\text{K}^{-2} \times Tg^{-2}\alpha^{-1}$	$260 \text{ Jm}^{-3}\text{K}^{-1}$
$\langle G \frac{\partial M}{\partial T} \rangle_{\text{opt}} =$	$2,8 \cdot 10^5 \text{ Am}^{-1}\text{K}^{-1} \times g^{-1}\alpha^{-1}$	$1,4 \cdot 10^4 \text{ Am}^{-1}\text{K}^{-1}$
$A_{\text{opt}} =$	$1,5 \cdot 10^{-6} \text{ m}^3\text{K}^2\text{J}^{-1} \times C_{\text{abs}} g^2 \alpha T^{-1} p^{-1}$	$1 \text{ mm}^2$
$h_{\text{opt}} =$	$0,36 \times p$	$3,6 \mu\text{m}$
$L_{\text{opt}} =$	$4,7 \cdot 10^{-13} \text{ Hm}^2\text{K}^2\text{J}^{-1} \times C_{\text{abs}} g^2 \alpha T^{-1} p^{-2}$	32,6 nH
$S_{\text{opt}} =$	$0,14 \times (C_{\text{abs}} \alpha T)^{-\frac{1}{2}}$	$0,25 \Phi_0 \text{ keV}^{-1} L_{\text{opt}}^{-\frac{1}{2}}$

**Tabelle 4.2:** Ergebnis der Optimierungsrechnung: Abhängigkeit der optimierten Parameter  $\bar{B}_{\text{opt}}$ ,  $x_{\text{opt}}$ ,  $A_{\text{opt}}$ ,  $h_{\text{opt}}$  von den durch die Anwendung und die Wahl des Sensormaterial vorgegebenen Parameter  $C_{\text{abs}}$ ,  $T$ ,  $g$ ,  $\alpha$ . Die rechte Spalte zeigt die optimalen Werte am Beispiel eines Detektor mit einer Absorberwärmekapazität von  $1 \text{ nJ/K}$  bei einer Temperatur von  $T = 20 \text{ mK}$  und einem Mitte-zu-Mitte-Abstand von  $p = 10 \mu\text{m}$ . Für das Sensormaterial wurde von einer Au:Er-Legierung mit  $g = 6,8$  und  $\alpha = 3$  ausgegangen.

mit  $g = 6,8$  und  $\alpha = 3$  ausgelegt. Die optimalen Werte der Parameter für einen solchen Detektor können der rechten Spalte in Tabelle 4.2 entnommen werden. Der so konzipierte Detektor ist vielseitig einsetzbar und zeichnet sich durch seine vergleichsweise große Wärmekapazität aus. Einen Überblick über die vielseitigen Einsatzmöglichkeiten dieses so optimierten Detektors wird in Kapitel 11 gegeben.

Während der Detektor hier für eine Wärmekapazität von  $1 \text{ nJ/K}$  bei einer Temperatur von  $T = 20 \text{ mK}$  optimiert wurde, ist es denkbar dass diese Temperatur nicht für jede Anwendung bequem erreicht werden kann. Bei unveränderter Detektionsfläche und Quanteneffizienz und damit gleichem Absorbervolumen erhöht sich mit größeren Temperaturen jedoch die von der jeweiligen Anwendung geforderte Absorberwärmekapazität. Im Fall eines Gold-Absorbers wächst die Absorberwärmekapazität proportional mit der Temperatur an. Ein Vergleich mit den in Tabelle 4.2 angegebenen Optimierungsbedingungen macht jedoch deutlich, dass in diesem Fall das Design des Detektors inklusive aller Abmessungen von Sensor, Absorber und den Detektionsspulen beibehalten werden kann, während die Optimierungsbedingungen weiterhin erfüllt sind. Lediglich die Erbium-Konzentration und der im Mäander präparierte Dauerstrom müssen gemäß der in Tabelle 4.2 angegebenen Ausdrücke angepaßt werden.

Die im Rahmen dieser Arbeit durch ein Mikrostrukturierungsverfahren aufgebrachten Au:Er-Filme besitzen eine Erbium-Konzentration von  $780 \text{ ppm}$ . Die Konzentration war durch das zum Zeitpunkt der Experimente zur Verfügung stehende Sputter-Target (vgl. Kapitel 8.2.4) festgelegt. Diese Konzentration ist im Vergleich zu dem Wert von

$x_{\text{opt}} = 1325$  ppm, den man mit Hilfe der Optimierungsrechnung erhält, deutlich geringer. Es lässt sich jedoch zeigen, dass das Signal-zu-Rauschen-Verhältnis  $S$  in der Nähe des Maximums nur schwach von der Konzentration und dem Magnetfeld abhängt. Führt man eine zusätzliche Optimierungsrechnung durch bei der man die Parameter neu unter der Vorgabe bestimmt, dass man nach der kleinst mögliche Konzentration sucht, für die man noch 95% des optimalen Signal-zu-Rauschen-Verhältnisses  $S_{\text{opt}}$  erhält, so ergibt sich für die Konzentration der Zusammenhang:

$$x_{95} = 4,95 \text{ K}^{-1} \text{ T g}^{-2} \alpha^{-1}. \quad (4.14)$$

Nimmt man demnach ein 5% kleineres Signal-zu-Rauschen-Verhältnis in Kauf, ist eine Konzentration von  $x_{95} = 715$  ppm ausreichend.

Gemäß der Optimierungsrechnung sollte der Sensor gleichzeitig jedoch in einem kleineren Magnetfeld betrieben werde. Für den entsprechenden Dauerstrom erhält man den Ausdruck:

$$I_{95} = 2,23 \cdot 10^6 \text{ Am}^{-1} \text{ K}^{-1} \text{ T g}^{-1} p. \quad (4.15)$$

Der 'optimale' zur Konzentration  $x_{95} = 715$  ppm gehörige Dauerstrom liegt demnach bei  $I_{95} = 65$  mA. Dies entspricht einem Magnetfeld von  $B_{95} = 3,8$  mT.



## 5. Energieauflösung magnetischer Kalorimeter

Die Energieauflösung magnetischer Kalorimeter kann durch eine Vielzahl unterschiedlicher Effekte nachteilig beeinflusst werden. Ein Großteil dieser Störungen wie beispielsweise mechanische Vibrationen, elektromagnetisches Übersprechen und Schwankungen der Arbeitstemperatur können durch ein sorgfältiges Vorgehen beim Aufbau des Detektors vermieden werden. Neben diesen äußeren Störquellen existieren jedoch noch drei eng mit dem Detektionsprinzip verknüpfte intrinsische Rauschquellen, die die Energieauflösung auf fundamentale Art und Weise limitieren könnten. Zu diesen gehören die thermodynamischen Energiefluktuationen zwischen den Subsystemen des Detektors, das intrinsische Flussrauschen des verwendeten SQUID-Magnetometers und das magnetische Johnson-Rauschen der metallischen Detektorkomponenten.

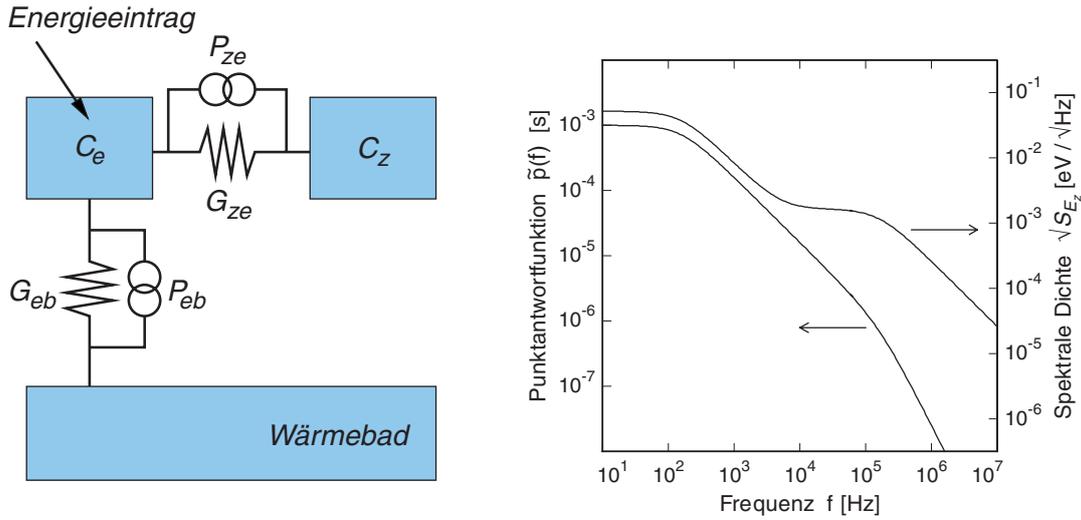
### 5.1 Thermodynamische Energiefluktuationen

Der Einfluss der thermodynamischen Energiefluktuationen auf die Energieauflösung magnetischer Kalorimeter wird im Folgenden anhand des in Abbildung 5.1 (links) gezeigten thermodynamischen Modells diskutiert. Das magnetische Kalorimeter ist dabei in zwei Subsysteme unterteilt. Das eine System entspricht dem System der freien Leitungselektronen und besitzt eine Wärmekapazität  $C_e$ , während es sich bei dem anderen System um das Zeeman-System der magnetischen Momente mit der Wärmekapazität  $C_z$  handelt. Die beiden Systeme sind thermisch miteinander verbunden, wobei die Stärke der Kopplung durch die Wärmeleitfähigkeit  $G_{ze}$  gegeben ist. Ferner ist das System der Leitungselektronen über die Wärmeleitfähigkeit  $G_{eb}$  an ein Wärmebad gekoppelt. Die in diesem Ersatzschaltbild parallel zu den thermischen Kopplungen angeordneten Rauschquellen  $P_{ez}$  und  $P_{eb}$  beschreiben die Fluktuationen des Wärmeflusses durch die thermischen Ankopplungen. Das Leistungsspektrum dieser Rauschquellen berechnet sich analog zu dem Nyquist-Rauschen.

Ausgehend von einer instantanen Thermalisierung des Detektors lässt sich die Zeitentwicklung des Energieinhalts der beiden Subsysteme durch zwei gekoppelte Differentialgleichungen beschreiben (vgl. hierzu [Fle03]). Durch das Lösen dieser Differentialgleichungen lässt sich die spektrale Dichte der thermodynamischen Energiefluktuationen des Zeeman-Systems ableiten. Für den Fall  $0,1 < C_z/C_e < 10$  und  $\tau_0 \ll \tau_1$  erhält man den Ausdruck:

$$S_{Ez}(f) \cong k_B C_z T^2 \left( (1 - \beta) \frac{4\tau_0}{1 + (2\pi\tau_0 f)^2} + \beta \frac{4\tau_1}{1 + (2\pi\tau_1 f)^2} \right). \quad (5.1)$$

Bei  $\beta = C_z/(C_z + C_e)$  handelt es sich hierbei um den Anteil der Wärmekapazität des Zeeman-Systems bezogen auf die Gesamtwärmekapazität des Detektors, während  $\tau_0$  der Anstiegszeit und  $\tau_1$  der Abfallszeit des Detektorsignals nach erfolgter Energiedeposition



**Abbildung 5.1:** (links): Thermodynamisches Modell eines magnetischen Kalorimeters mit zwei Subsystemen. (rechts): Frequenzverlauf der Punktantwortfunktion  $|\tilde{p}(f)|$  (linke Achse) und spektrale Dichte der Energiefluktuationen  $\sqrt{S_{E_z}(f)}$  (rechte Achse) eines magnetischen Kalorimeters. Es wurde hierbei von  $C_e = C_z = 1 \text{ pJ/K}$ ,  $T = 50 \text{ mK}$ ,  $\tau_0 = 1 \mu\text{s}$  und  $\tau_1 = 1 \text{ ms}$  ausgegangen.

entspricht. Das Leistungsspektrum der Energiefluktuationen setzt sich aus zwei stufenförmigen Anteilen zusammen, wobei das Plateau im Fall der bei niedrigen Frequenzen auftretenden Stufe einen Wert von  $\sqrt{4k_B C_z T^2 \tau_1 \beta}$  besitzt und für die hochfrequente Stufe den Wert  $\sqrt{4k_B C_z T^2 \tau_0 (1 - \beta)}$  annimmt.

Abbildung 5.1 (rechts) zeigt das so berechnete Spektrum der Energiefluktuationen aufgetragen gegenüber der Frequenz  $f$  am Beispiel eines Detektors mit  $C_e = C_z = 1 \text{ pJ/K}$ ,  $T = 50 \text{ mK}$ ,  $\tau_0 = 1 \mu\text{s}$  und  $\tau_1 = 1 \text{ ms}$ .

Die Lösung der gekoppelten Differenzialgleichungen erlaubt ferner eine Berechnung der Punktantwortfunktion  $p(t)$  des Systems, wobei sich  $p(t) = \beta(-e^{-t/\tau_0} + e^{-t/\tau_1})$  ergibt. Die Punktantwortfunktion beschreibt dabei über  $E_z = E_0 \cdot p(t)$  den zeitlichen Verlauf des Energieinhalts des Zeeman-Systems als Folge eines Energieeintrags in der Form einer Diracschen- $\delta$ -Funktion im Elektronensystem. Zur Berechnung des Signal-zu-Rauschen-Verhältnisses und damit der Energieauflösung des Detektors bietet sich die Fouriertransformierte der Punktantwortfunktion an, für die man den Ausdruck

$$|\tilde{p}(f)| \simeq \frac{2\tau_1\beta}{\sqrt{1 + (2\pi f\tau_0)^2} \sqrt{1 + (2\pi f\tau_1)^2}}. \quad (5.2)$$

erhält.

Neben der spektralen Dichte der Energiefluktuationen zeigt die Abbildung 5.1 (rechts) das anhand des Ausdrucks 5.2 berechnete Frequenzspektrum der Punktantwort des oben beschriebenen Detektors. Ein Vergleich der spektralen Dichte der Energiefluktuationen mit dem Spektrum der Punktantwortfunktion macht deutlich, dass beide ein stark unterschiedliches Frequenzverhalten aufweisen. Bei einer Frequenz  $f_{\text{eff}}$  geht das Spektrum der

Energiefluktuationen in ein zweites Plateau über, während die Fouriertransformierte der Punktantwortfunktion weiter abnimmt. Dies führt dazu, dass das bis zu dieser Frequenz konstante Signal-zu-Rauschen-Verhältnis  $SNR(f) = |\tilde{p}(f)|^2 / S_{E_z}$  oberhalb dieser Frequenz proportional zu  $f^{-2}$  abnimmt. Hierdurch wird die nutzbare Bandbreite auf Frequenzen unterhalb von  $f < f_{\text{eff}}$  beschränkt, wodurch die Energieauflösung eines magnetischen Kalorimeters auf fundamentale Weise auf einen endlichen Wert festgelegt ist.

Anhand des Signal-zu-Rauschen-Verhältnisses lässt sich ein Ausdruck für die Energieauflösung eines magnetischen Kalorimeters ableiten [Fle03]. Es ergibt sich der Zusammenhang:

$$\Delta E_{\text{FWHM}} \simeq 2,35 \sqrt{4k_{\text{B}}T^2 C_e} \left[ \frac{\tau_0}{\tau_1} \frac{1}{\beta(1-\beta)} \right]^{1/4}. \quad (5.3)$$

Mit Hilfe dieses Ausdrucks lassen sich einige wichtige Aussagen bezüglich der erreichbaren Energieauflösung ableiten. Zum einen ist die Energieauflösung eines magnetischen Kalorimeters aufgrund der thermodynamischen Energiefluktuationen zwischen den Subsystemen des Detektors auf endliche Werte beschränkt. Dabei wirkt sich eine kurze Anstiegszeit  $\tau_0$  und eine lange Abfallszeit  $\tau_1$  positiv auf die Energieauflösung des Detektors aus. Es ist hierbei jedoch zu beachten, dass die Anstiegszeit durch die Elektron-Spin-Relaxationszeit gegeben ist, während die Abfallszeit meist durch die im Experiment nachzuweisende Rate vorgegeben ist. Desweiteren nimmt die Energieauflösung für  $C_e = C_z$  ein Minimum an.

## 5.2 Magnetisches Johnson-Rauschen

Eine weitere mit der Natur metallischer magnetischer Kalorimeter eng verknüpfte Rauschquelle ist das sogenannte magnetische Johnson-Rauschen. Dieses wird durch die ungeordnete Bewegung thermisch angeregter Elektronen innerhalb der metallischen und damit leitenden Komponenten des Detektors hervorgerufen. Die Bewegungen führen dabei zu zeitlich fluktuierenden Magnetfeldern in der Umgebung und damit zu einem zusätzlichen Beitrag zum Flussrauschen im verwendeten SQUID-Magnetometer. Zu den hierbei in Frage kommenden metallischen Detektorkomponenten gehört neben dem Sensor und dem Absorber auch der in unserem Fall aus Messing bestehende Halter, auf dem der Detektoraufbau fixiert ist.

Zur quantitativen Berechnung dieses Rauschbeitrages wurden in der Vergangenheit zwei unterschiedliche Ansätze verfolgt. Eine Methode geht dabei von den thermisch angeregten Bewegungen der Elektronen innerhalb des leitenden Materials aus und berechnet über die Maxwell-Gleichungen hieraus die Magnetfeldfluktuationen und damit das Flussrauschen innerhalb der betreffenden Leiterschleife. Alternativ hierzu kann, wie in [Har68] hingewiesen wurde, das sogenannte Fluktuations-Dissipations-Theorem verwendet werden. Ausgangspunkt der Überlegungen ist hierbei ein mit der Frequenz  $\omega$  variierender Strom innerhalb der Detektionsschleife. Dieser führt über Wirbelströme in dem benachbarten metallischen Leiter zu ohmschen Verlusten, die durch eine frequenzabhängige resistive Impe-

danz  $R(\omega)$  beschrieben werden können. Unter Zuhilfenahme des Fluktuations-Dissipations-Theorems lässt sich hieraus das Flussrauschen innerhalb der Detektionsschleife berechnen.

Basierend auf der letzten Methode wurde in [Fle05] ein Ausdruck für die im Rahmen dieser Arbeit verwendete Mäandergeometrie angegeben, der das von der Sensorschicht in der Detektionsschleife verursachte magnetische Johnson-Rauschen beschreibt:

$$\sqrt{S_{\Phi}} = \mu_0 \mathcal{C} \sqrt{\sigma k_B T V} \quad (5.4)$$

Das so berechenbare Johnson-Rauschen ist dabei proportional zur elektrischen Leitfähigkeit  $\sigma$  des Sensormaterials, zur thermischen Energie  $k_B T$  der Elektronen und zum Volumen  $V$  des Sensors. Der dimensionslose Faktor  $\mathcal{C}$  hängt dabei von der genauen Geometrie des Mäanders und des Sensors ab und hat für die im Rahmen dieser Arbeit entwickelten Detektoren einen Wert von  $\mathcal{C} \simeq 0,14$ . Eine Abschätzung des Johnson-Rauschens durch den Messinghalter bzw. eines optional auf dem Sensor angebrachten Absorbers ist anhand der in [Fle05] angegebenen Ausdrücke ebenfalls möglich.

Die elektrische Leitfähigkeit bzw. der spezifische Widerstand für eine sich unterhalb von 4 K befindliche verdünnte Au:Er-Legierung kann für Vollmaterial mit Hilfe der in [Ara66] angegeben Beziehung  $\rho = x \cdot 6,7 \cdot 10^{-6} \Omega\text{m}$  berechnet werden. Ausgehend von einem  $3,6 \mu\text{m}$  dicken Au:Er-Sensor mit einer Fläche von  $1 \text{ mm} \times 1 \text{ mm}$  und einer Konzentration von  $x = 780 \text{ ppm}$  erhält man bei einer Temperatur von 20 mK für das magnetische Johnson-Rauschen in der sich darunter befindlichen mäanderförmigen Detektionsschleife einen Wert von  $\sqrt{S_{\Phi}} = 1,2 \mu\Phi_0 / \sqrt{\text{Hz}}$ . Die aufgesputterten Au:Er-Filme besitzen jedoch ein schlechteres Restwiderstandverhältnis wie das Vollmaterial. Mit einem typischen Wert von  $RRR = 1,7$  ergibt sich daher für den spezifischen Widerstand bei tiefen Temperaturen ein Wert von  $\rho = 3,1 \cdot 10^{-8} \Omega\text{m}$  und damit bei 20 mK ein Johnson-Rauschen in der Detektionsschleife von  $\sqrt{S_{\Phi}} = 0,5 \mu\Phi_0 / \sqrt{\text{Hz}}$ . Zur Berechnung des Rauschens im SQUID muss dieser Wert noch mit dem Kopplungsfaktor zwischen dem SQUID und der Detektionsspule multipliziert werden. Es wird sich bei der Diskussion der experimentellen Ergebnisse zeigen, dass dieser Beitrag des Sensors aufgrund des sehr kleinen Kopplungsfaktors vernachlässigt werden kann.

## 6. SQUID-Magnetometer

Ein Energieeintrag im Detektor führt, wie wir bei der Beschreibung des Funktionsprinzips magnetischer Kalorimeter gesehen haben, zu einer Temperaturerhöhung und damit zu einer Änderung der Magnetisierung des Sensormaterials. Die hierdurch hervorgerufene Flussänderung wird mit Hilfe eines Magnetometers nachgewiesen. Die derzeit rauschärmsten Messgeräte für magnetischen Fluss bei gleichzeitig großer Bandbreite sind die DC-SQUID<sup>1</sup>-Magnetometer. Grundlegend für die Funktionsweise eines SQUID-Magnetometers ist die Tatsache, dass der Zustand der Cooper-Paare eines Supraleiters durch eine gemeinsame makroskopische Wellenfunktion beschrieben werden kann. Dies hat zwei Effekte zur Folge auf denen die Arbeitsweise von SQUIDs basiert: Zum einen die Quantisierung des Flusses [Lon50] innerhalb einer geschlossenen supraleitenden Schleife und zum anderen den an Tunnelbarrieren in Supraleitern auftretenden Josephson-Effekt [Jos62, Jos65]. Eine detaillierte Übersicht über die Physik von SQUIDs, deren Herstellung und ihrer zahlreichen Anwendungen findet sich beispielsweise in [Cla04].

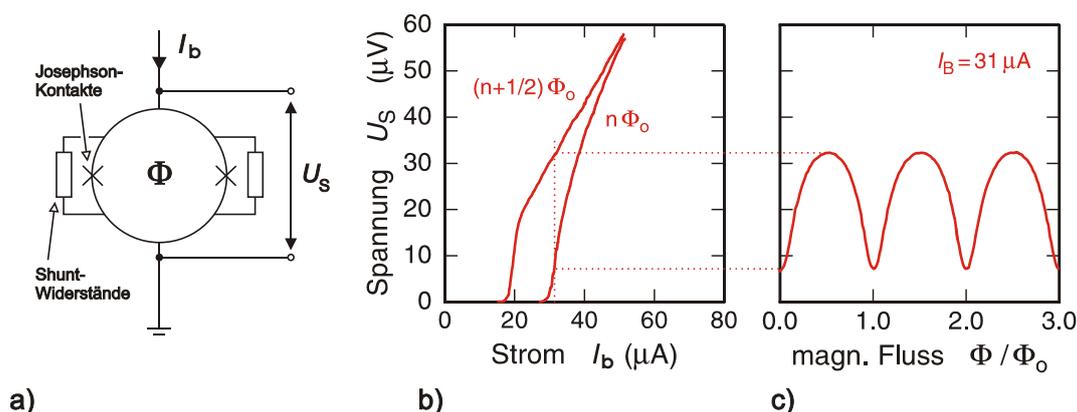
### 6.1 Allgemeine Eigenschaften eines DC-SQUIDs

Bei einem DC-SQUID handelt es sich um ein supraleitendes Bauteil, mit dessen Hilfe der zu messende Fluss in ein Spannungssignal umgewandelt und gemessen werden kann. Die Abbildung 6.1a) zeigt eine schematische Darstellung eines solchen SQUIDs. Es besteht im Wesentlichen aus einer supraleitenden Schleife, die an zwei Stellen durch Josephson-Kontakte (Kreuze) unterbrochen ist. Bei den Josephson-Kontakten handelt es sich in der Regel um dünne nichtleitende Metalloxid-Schichten, die an diesen Stellen ein Eindringen von magnetischem Fluss ins Innere des SQUIDs ermöglichen. Die beiden als Tunnelbarrieren wirkenden Kontakte sind jeweils mit einem sogenannten Shunt-Widerstand  $R_S$  überbrückt, um so das sonst auftretende hysteretische Verhalten der SQUIDs zu unterdrücken.

Eine Änderung des magnetischen Flusses  $\delta\Phi$  innerhalb der Leiterschleife führt zu einer Veränderung der Phasendifferenz der makroskopischen Wellenfunktion der Cooper-Paare zwischen den beiden Josephson-Kontakten. Daher zeigt die über dem SQUID abfallende Spannung  $U_S$  neben der Abhängigkeit vom Biasstrom  $I_b$  auch eine Abhängigkeit vom magnetischen Fluss  $\Phi$ , der die Leiterschleife durchsetzt. Die Abbildung 6.1b) zeigt den Verlauf der Spannungs-Strom-Kennlinie des SQUIDs für zwei unterschiedliche magnetische Flüsse. Bei Strömen unterhalb des kritischen Wertes  $I_C$ , wird der Strom von Cooper-Paaren getragen, die kohärent durch die Isolationsschichten tunneln. Entsprechend fällt über dem SQUID bis zu diesem Punkt keine Spannung ab. Wird der Biasstrom weiter erhöht, so tragen neben dem Suprastrom auch tunnelnde Quasiteilchen zum Strom durch

---

<sup>1</sup>Abkürzung aus dem Englischen für Superconducting Quantum Interference Device



**Abbildung 6.1:**

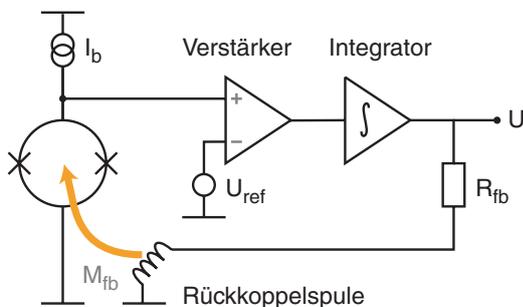
- Schematische Darstellung eines DC-SQUIDs. Die durch Kreuze symbolisierten Josephson-Kontakte sind zur Unterdrückung des hysteretischen Verhaltens des SQUIDs durch Shunt-Widerstände überbrückt.
- Spannungs-Strom-Charakteristik für den Fall, dass die SQUID-Schleife von dem Fluss  $\Phi = n\Phi_0$  bzw.  $\Phi = (n + 1/2)\Phi_0$  durchsetzt wird.
- Spannungs-Fluss-Charakteristik für den in b) markierten Biasstrom  $I_b = 31 \mu\text{A}$  [Wei96]

die Tunnelbarrieren bei. Dies führt zu einem schnell ansteigenden Spannungsabfall über dem SQUID, der bei einer weiteren Erhöhung des Biasstromes in ein ohmsches Verhalten übergeht. Die in Abbildung 6.1b) gezeigten Kurven entsprechen dabei den beiden Extremfällen, die man für einen Fluss von  $\Phi = (n + 1/2)\Phi_0$  bzw.  $\Phi = n\Phi_0$  erhält. Hierbei bezeichnet  $\Phi_0 = h/2e = 2,07 \cdot 10^{-15} \text{ Vs}$  das elementare Flussquant und  $n$  nimmt die ganzzahligen Werte  $n = 0, 1, 2, \dots$  an. Die Interferenz der makroskopischen Wellenfunktionen der beiden Stromzweige führt dazu, dass der kritische Strom zum einen von der Geometrie der Tunnelbarrieren und zum anderen auf periodische Weise vom eingeschlossenen Fluss abhängt.

Wählt man für den Biasstrom einen festen Wert, der größer als der kritische Strom  $I_C$  ist und variiert den Fluss, der die SQUID-Schleife durchsetzt, so erhält man den in Abbildung 6.1c) gezeigten Verlauf. Der Spannungsabfall über dem SQUID hängt dabei sehr empfindlich und zugleich periodisch vom magnetischen Fluss ab. Hervorgerufen wird dies dadurch, dass eine Veränderung des eingeschlossenen Flusses die Phasenbeziehung der beiden makroskopischen Wellenfunktionen verändert. Die vom magnetischen Fluss abhängige Steigung der Kennlinie  $V_\Phi = \partial U_s / \partial \Phi$  wird als Fluss-zu-Spannungs-Transferkoeffizient bezeichnet. Die durch eine kleine Änderung des magnetischen Flusses  $\delta\Phi$  im SQUID hervorgerufene Änderung der Spannung über dem SQUID lässt sich hiermit schreiben als  $\delta U_s = V_\Phi \delta\Phi$ . Der Fluss-zu-Spannungs-Transferkoeffizient besitzt dabei bei den Werten  $\Phi \cong (2n + 1)\Phi_0/4$  jeweils ein Maximum und nimmt hierbei einen Wert von etwa  $V_\Phi \cong R_s/L_s$  an. Die Größe  $L_s$  bezeichnet dabei die Induktivität des SQUIDs [Cla04].

## 6.2 Einstufiger SQUID-Aufbau mit Rückkopplung

Die starke Fluss-Abhängigkeit, der über dem SQUID abfallenden Spannung  $U_S$ , macht ein SQUID zu einem sehr empfindlichen Fluss-Spannungswandler. Nachdem die Spannungs-Fluss-Kennlinie jedoch ein hochgradig nicht-lineares Verhalten aufweist, ist der nutzbare Arbeitsbereich, in dem die Kennlinie zumindest monoton ist, auf einen nur kleinen Bereich von etwa  $\delta\Phi \simeq \pm\Phi_0/4$  beschränkt. Mit Hilfe einer sogenannten Flux-Locked-Loop-Schaltung<sup>2</sup> kann die Kennlinie des SQUIDs linearisiert und damit der Arbeitsbereich erheblich vergrößert werden. Die Grundidee dieser Schaltung ist es den Fluss im SQUID auf einen Wert zu stabilisieren, an dem die Kennlinie möglichst steil ist. Hierzu wird die von einem Experiment im SQUID hervorgerufene Flussänderung durch einen gleich großen Kompensationsfluss mit entgegengesetztem Vorzeichen kompensiert. Der Kompensationsfluss wird dabei mit Hilfe einer zusätzlichen Rückkopplerspule erzeugt und in das SQUID eingekoppelt.



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

Abbildung 6.2 zeigt die wichtigsten Komponenten einer solchen Flux-Locked-Loop-Schaltung. Die über dem SQUID abfallende Spannung  $U_S$  dient dabei als Eingangssignal eines sich bei Zimmertemperatur befindlichen rauscharmen Verstärkers, an den sich ein Spannungsintegrator anschließt. Dieser Integrator treibt einen Strom  $I_{fb}$  durch die Rückkopplerspule und erzeugt so über die Gegeninduktivität  $M_{fb}$  zwischen Rückkopplerspule und SQUID einen entsprechenden Kompensationsfluss  $\Phi_{fb}$  in der SQUID-Schleife. Dadurch wird das SQUID am jeweiligen Arbeitspunkt stabilisiert. Der Strom wird dabei durch die Spannung am Ausgang des Integrators und durch den sich im Zweig der Rückkopplerspule befindlichen Widerstand  $R_{fb}$  festgelegt. Zur Einstellung des Arbeitspunktes dient die am invertierenden Eingang des Operationsverstärkers angelegte und von außen einstellbare Referenzspannung  $U_{ref}$ , deren Wert dazu auf den am gewünschten Arbeitspunkt herrschenden Spannungswert eingestellt wird. Die am Ausgang des Integrators abgreifbare Spannung  $U = \Phi_{fb}R_{fb}/M_{fb}$ , die notwendig ist um den Fluss in der SQUID-Schleife konstant zu halten ist proportional zum Kompensationsfluss und dient als Messsignal. Der Transferkoeffizient  $V_{\Phi, FLL} = R_{fb}/M_{fb}$  der Flux-Locked-Loop-Schaltung lässt sich dabei durch die Wahl des Rückkoppelwiderstands und der Gegeninduktivität der Rückkopplerschleife festlegen. Im Gegensatz zum direkten Betrieb des SQUIDs lässt sich der Arbeitsbereich

<sup>2</sup>Schaltung zur Stabilisierung des Flusses im SQUID. Der Fluss (*engl. flux*) wird dabei mit Hilfe einer Rückkopplerspule (*engl. loop*) auf dem Arbeitspunkt festgehalten (*engl. locked*).

durch diese Beschaltung deutlich ausdehnen [Cla04].

### 6.3 Rauschen des einstufigen SQUID-Aufbaus

DC-SQUID-Magnetometer weisen ein intrinsisches Rauschen auf, welches durch die dissipative Natur der Shuntwiderstände hervorgerufen wird. Zur quantitativen Berechnung dieses frequenzunabhängigen zusätzlichen Rauschbeitrages wurden in [Tes77] detaillierte Computersimulationen durchgeführt, wobei sowohl die zeitliche Entwicklung der Phasendifferenz der makroskopischen Wellenfunktion an den Josephson-Kontakten, als auch deren parasitäre Kapazitäten berücksichtigt wurden. Als Resultat ergibt sich für das intrinsische Rauschen eines optimierten DC-SQUIDs der Ausdruck:

$$\sqrt{S_{\Phi}^{\text{SQUID}}} \simeq L_S \sqrt{\frac{16k_B T}{R}}. \quad (6.1)$$

Neben dem Flussrauschen dient auch häufig die sogenannte Energiesensitivität  $\epsilon_S$  zur Charakterisierung des SQUIDs. Die beiden Größen sind über die Beziehung

$$\epsilon_S = \frac{S_{\Phi}^{\text{SQUID}}}{2L_S} \quad (6.2)$$

miteinander verknüpft.

Der Ausdruck 6.1 legt nahe, dass das intrinsische Flussrauschen durch eine Verringerung der Temperatur beliebig reduziert werden kann. Im Grenzfall kleiner Temperaturen, sollte die Energiesensitivität  $\epsilon_S$  eines SQUIDs jedoch einen quantenlimitierten Wert von  $\epsilon_S \geq \hbar$  annehmen. In diesem Limit ist das intrinsische Flussrauschen des SQUIDs temperaturunabhängig und wird nur durch die Eigeninduktivität des SQUIDs bestimmt:

$$\sqrt{S_{\Phi}^{\text{SQUID}}} \propto \sqrt{L_S}. \quad (6.3)$$

Die Induktivität eines SQUIDs liegt typischerweise bei einem Wert von 150 pH, während sich der Wert der Shunt-Widerstände in der Regel in einem Bereich zwischen 2  $\Omega$  und 10  $\Omega$  bewegt. Ausgehend von einem SQUID mit einer Induktivität von  $L_S \simeq 150$  pH und Shunt-Widerständen von  $R \simeq 5 \Omega$  ergibt sich gemäß des Ausdrucks 6.1 bei einer Temperatur von 4,2 K ein Flussrauschen von  $S_{\Phi} \simeq 1,0 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$  und bei einer Temperatur von 20 mK ein Flussrauschen von  $S_{\Phi} \simeq 0,07 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$ . Vergleicht man die so berechneten Werte mit dem in Messungen beobachteten Flussrauschen eines typischen SQUIDs, so ist der für eine Arbeitstemperatur von 20 mK berechnete Wert deutlich zu niedrig. Grund hierfür ist die Tatsache, dass die Temperatur des Elektronensystems der Shunt-Widerstände zu tiefen Temperaturen hin zunehmend thermisch vom Wärmebad abkoppelt, so dass das Flussrauschen des SQUIDs trotz sinkender Badtemperatur nicht weiter abnimmt. Dies ist eine Folge der Tatsache, dass die dem SQUID durch den Betriebsstrom zugeführte Leistung aufgrund der schwachen Elektron-Phonon-Kopplung und dem Kapitza-Widerstand

nur schwer zum Wärmebad hin abfließen kann. Ein Vergleich mit dem in Experimenten beobachtbaren Flussrauschen eines DC-SQUIDs legt nahe, dass die Temperatur der Shunt-Widerstände gemäß des Ausdrucks 6.1 im Bereich zwischen 200 mK und 300 mK liegt und damit bei 300 mK für das oben beschriebene SQUID ( $L_S \simeq 150$  pH,  $R \simeq 5 \Omega$ ) eine Energie-Sensitivität von etwa  $\epsilon_S = 9,5 \hbar$  besitzt.

Verwendet man die in Abbildung 6.2 gezeigte Anordnung zur Linearisierung der Kennlinie, so trägt neben dem intrinsischen Flussrauschen des SQUIDs auch das Rauschen der bei Raumtemperatur arbeitenden Ausleselektronik zum scheinbaren Flussrauschen des SQUIDs bei:

$$\sqrt{S_\Phi} = \sqrt{S_\Phi^{\text{SQUID}} + \frac{S_U^{\text{Elektronik}}}{V_\Phi^2}}. \quad (6.4)$$

Die im Rahmen dieser Arbeit verwendete SQUID-Elektronik vom Typ XXF-1 wurde von der PTB in Berlin entwickelt<sup>3</sup> [Dru06] und weist im Frequenzbereich zwischen 100 Hz und 20 MHz ein ausgesprochen geringes weißes Eingangs-Spannungsrauschen<sup>4</sup> von  $\sqrt{S_U^{\text{Elektronik}}} = 0,33$  nV/ $\sqrt{\text{Hz}}$  auf. Mit einer für DC-SQUIDs typischen Steigung der Spannungs-Fluss-Kennlinie am Arbeitspunkt von  $V_\Phi = 200 \mu\text{V}/\Phi_0$ , ergibt sich hieraus ein zusätzlicher Rauschbeitrag von  $1,7 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$ . Dieser Beitrag zum scheinbaren Flussrauschen des SQUIDs ist damit deutlich größer als das intrinsische Flussrauschen des SQUIDs selbst.

## 6.4 Zweistufiger SQUID-Aufbau mit Rückkoppelschaltung

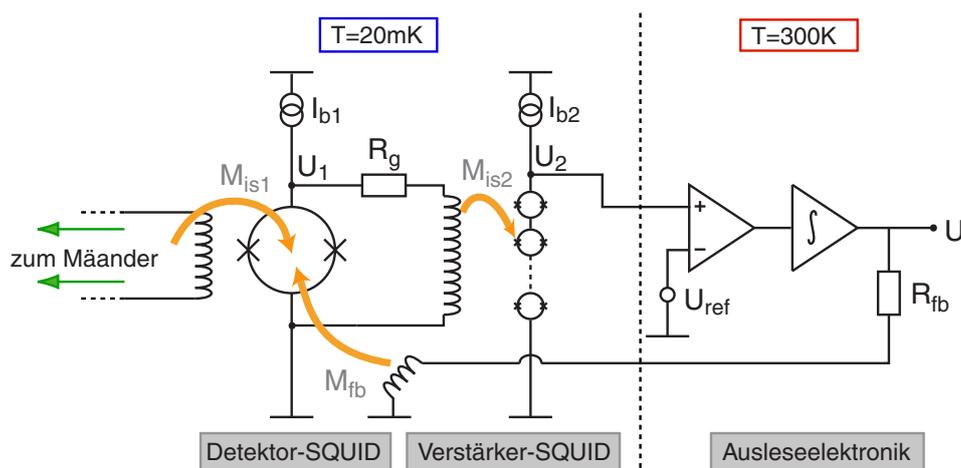
Die Betrachtungen der letzten beiden Abschnitte haben gezeigt, dass der nutzbare Arbeitsbereich eines SQUIDs durch eine sogenannte Flux-Locked-Loop-Schaltung erheblich vergrößert werden kann. Verwendet man hierzu den zuvor beschriebenen einstufigen SQUID-Aufbau, so wird das Rauschen des SQUIDs jedoch durch das Eingangsspannungsrauschen des Vorverstärkers dominiert. Durch eine Erweiterung des Aufbaus kann dieses Problem umgangen und das Signal-zu-Rauschen-Verhältnis deutlich verbessert werden. Dazu wird die über dem bisher betrachteten SQUID abfallende Spannung zunächst mit Hilfe eines zweiten ebenfalls bei tiefen Temperaturen arbeitenden SQUIDs oder Serien-SQUID-Arrays<sup>5</sup> vorverstärkt. Das so vorverstärkte Signal wird auf den Eingang des sich bei Raumtemperatur befindlichen Verstärkers gegeben.

Abbildung 6.3 zeigt eine schematische Darstellung einer solchen 2-stufigen SQUID-Anordnung. Dabei wird sowohl das primäre SQUID als auch das sich rechts daneben befindliche SQUID-Array als Stromsensor-SQUID eingesetzt. Für den Betrieb der beiden

<sup>3</sup>Hergestellt und vertrieben wird die Elektronik von der Firma MAGNICON GbR, Berlin, <http://www.magnicon.com>

<sup>4</sup>Im Bereich niedriger Frequenzen (0,1 Hz bis 100 Hz) besitzt die Elektronik einen Wert von  $\sqrt{S_U^{\text{Elektronik}}} = 0,8$  nV/ $\sqrt{\text{Hz}}$ . Ursache hierfür ist, dass für die Verstärkung niedriger und hoher Frequenzen unterschiedliche Verstärker genutzt werden [Dru06].

<sup>5</sup>Der Begriff Array stammt aus dem Englischen und bedeutet Array = Feld.



**Abbildung 6.3:** Schematische Darstellung der zweistufigen SQUID-Anordnung mit sich anschließender Rückkopplung. Als Verstärker-SQUID wird hier ein Serien-SQUID-Array verwendet.

SQUIDs werden diese mit den Biasströmen  $I_{b1}$  bzw.  $I_{b2}$  versorgt. Die durch einen Energieeintrag hervorgerufene Flussänderung  $\delta\Phi$  im Mäander wird mit Hilfe einer Einkoppelspule über die Gegeninduktivität  $M_{is1}$  in Form der Flussänderung  $\delta\Phi_1$  in das primäre SQUID (links) eingekoppelt. Dies führt entsprechend der Fluss-Spannungskennlinie zu einem Spannungsabfall  $U_1$ . Die hiermit verbundene Stromänderung in der Einkoppelspule des sich anschließenden SQUID-Arrays wird durch den Widerstand  $R_g$  begrenzt und induziert im SQUID-Array eine Flussänderung  $\delta\Phi_2 = M_{is2}U_1/R_g$ . Das SQUID-Array kann dabei in seiner Funktionsweise als einzelnes SQUID aufgefasst<sup>6</sup> werden, über dem, abhängig vom eingekoppelten Fluss, eine Spannung  $U_2$  abfällt. Diese Spannung wird dann von dem sich bei Zimmertemperatur befindlichen Verstärker ausgelesen und dient als Regelsignal für die Rückkopplung eines Komensationsflusses in das primäre SQUID. Die am Regler abgreifbare Spannung  $U$  ist proportional zur Änderung des magnetischen Flusses im Detektor-SQUID und wird daher als Messsignal herangezogen.

Durch eine geeignete Wahl des Widerstandes  $R_g$  ist es möglich die Fluss-zu-Fluss-Verstärkung  $G_\Phi = \frac{\delta\Phi_2}{\delta\Phi_1}$  zwischen den beiden SQUIDs derart zu beeinflussen, dass der Hub des magnetischen Flusses im Verstärker-SQUID beim Durchlaufen der periodischen Kennlinie des Detektor-SQUIDs unterhalb eines Flussquants liegt ( $G_\Phi < 3.4$ ). Entsprechend [Fle03] lässt sich hierdurch ein Arbeitspunkt definieren, der zum einen eindeutig ist und bei dem zum anderen die Kennlinie eine maximale Steilheit besitzt.

Das scheinbare Flussrauschen  $\sqrt{S_\Phi}$  des Detektor-SQUIDs setzt sich in dieser Anordnung aus dem intrinsischen Flussrauschen des Detektor-SQUIDs  $\sqrt{S_{\Phi_1}}$ , dem intrinsischen Rauschen des Verstärker-SQUIDs  $\sqrt{S_{\Phi_2}}$ , dem Nyquist-Rauschen des Widerstandes  $R_g$  und

<sup>6</sup>Auf die Vorteile und Besonderheiten eines SQUID-Arrays wird im Anschluss an die Beschreibung der Schaltung näher eingegangen.

dem Eingangsspannungsrauschen der Flux-Locked-Loop Elektronik  $\sqrt{S_U}$  zusammen:

$$\sqrt{S_\Phi} = \sqrt{S_{\Phi_1} + \frac{S_{\Phi_2}}{G_\Phi^2} + \frac{4k_B T R_g}{V_{\Phi_1}^2} + \frac{S_U}{V_{\Phi_2}^2 G_\Phi^2}}. \quad (6.5)$$

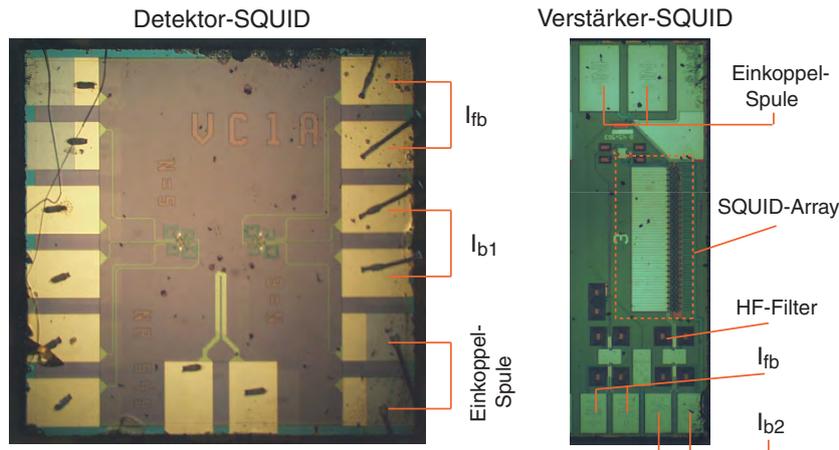
Dabei entsprechen  $V_{\Phi_1}$  und  $V_{\Phi_2}$  den Fluss-zu-Spannungs-Transferkoeffizienten des Detektor-SQUIDs bzw. des Verstärker-SQUIDs an deren Arbeitspunkten, und  $G_\Phi$  ist die Fluss-zu-Fluss-Verstärkung zwischen den SQUIDs.

Der Rauschbeitrag des Verstärker-SQUIDs lässt sich durch die Verwendung eines sogenannten Serien-SQUID-Arrays weiter reduzieren. Ein Series-Array-DC-SQUID besteht aus einer Serienschaltung von  $N$  baugleichen DC-SQUIDs, in die über eine Einkoppelpule der zu messende Fluss eingekoppelt wird. Unter der Voraussetzung, dass alle SQUIDs eines solchen Arrays am gleichen Arbeitspunkt betrieben und vom gleichen Fluss durchsetzt werden, verhält sich das SQUID-Array wie ein einzelnes SQUID mit einem vergrößerten Spannungs-Signal. Das Messsignal wächst dabei proportional mit der Anzahl  $N$  der SQUIDs an, während sich das Rauschen der einzelnen SQUIDs inkohärent addiert und daher nur proportional zu  $\sqrt{N}$  anwächst. Hierdurch ist es möglich sowohl das intrinsische Flussrauschen des SQUIDs selbst als auch den Einfluss des Eingangsspannungsrauschens der Ausleseelektronik stark zu reduzieren. Im Rahmen dieser Arbeit wurden sowohl für den Au:Er-Aufbau als auch für den Ag:Er-Aufbau SQUID-Arrays als Verstärker-SQUIDs eingesetzt.

## 6.5 Eigenschaften der verwendeten SQUIDs

### Au:Er-Aufbau

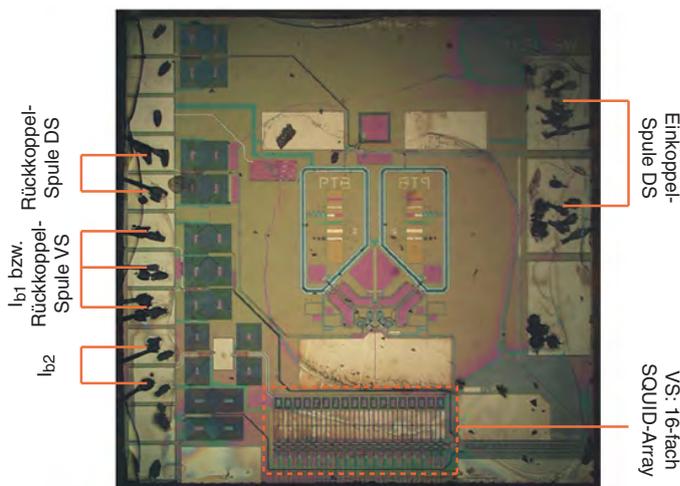
Abbildung 6.4 zeigt das Detektor-SQUID und das Verstärker-SQUID, die im Fall des Au:Er-Aufbaus verwendet wurden. Das Detektor-SQUID befindet sich dabei auf einem SQUID-Chip vom Typ VC1A, welcher von dem IPHT Jena entwickelt wurde und etwa  $2,5 \text{ mm} \times 2,5 \text{ mm}$  groß ist. Der Chip beherbergt dabei zwei etwas unterschiedliche SQUIDs, wobei hier das rechts auf dem Chip befindliche SQUID verwendet wurde. Im Gegensatz zu dem Detektor-SQUID wurde das als Verstärker-SQUID eingesetzte 25-fach SQUID-Array vom Typ C1C08X25B von der PTB Berlin entwickelt. Die für diese Arbeit relevanten Induktivitäten der SQUIDs können der Tabelle 4.1 entnommen werden. Die rechteckigen Kontaktflächen dienen dem Anschluß der Ausleseelektronik, des jeweils anderen SQUIDs und der sich auf einem separaten Chip befindlichen mäanderförmigen Detektionsspule. Die Kontaktierung erfolgt dabei mit Hilfe von ultraschall-geschweißten Aluminiumdrähten. Die Belegung der Kontaktflächen kann der Abbildung entnommen werden.



**Abbildung 6.4:** Verwendete SQUIDs im Fall des Au:Er-Aufbaus: Links ist das Detektor-SQUID vom Typ VC1A gezeigt. Rechts daneben ist das Verstärker-SQUID vom Typ C1C08X25B gezeigt.

### Ag:Er-Aufbau

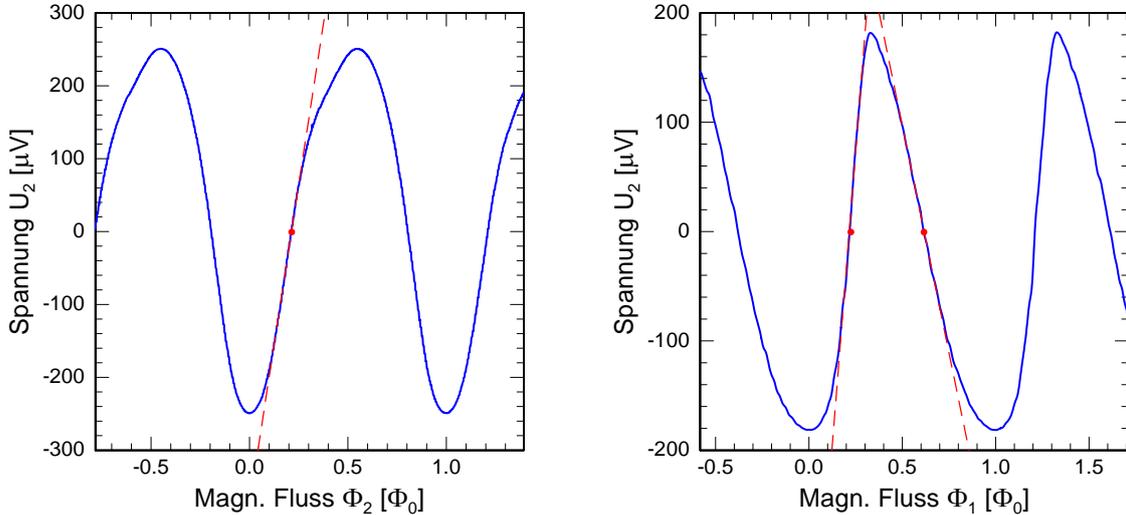
Im Rahmen dieser Arbeit wurde erstmalig ein neuartiger SQUID-Chip der PTB Berlin eingesetzt, bei dem sowohl das Detektor SQUID als auch das Verstärker-SQUID auf dem gleichen Chip integriert und miteinander verschaltet sind. In [Dru07] findet sich eine detaillierte Beschreibung des Vorgängermodells dieses Chips, welcher sich kaum von dem hier verwendeten unterscheidet. Abbildung 6.5 zeigt eine Mikroskopaufnahme dieses im Rahmen des Ag:Er-Aufbaus eingesetzten SQUID-Chips vom Typ C4XS116W. Das auf dem Chip integrierte Verstärker-SQUID ist ein 16-fach SQUID-Array. Die Integration beider SQUIDs und deren Verschaltung auf einem Chip erlaubt neben der leichteren Handhabbarkeit eine deutlich kompaktere Realisierung des experimentellen Aufbaus.



**Abbildung 6.5:** Genutzter SQUID-Chip im Fall des Ag:Er-Aufbaus. Auf dem Chip vom Typ C4XS116W sind sowohl das Detektor-SQUID (DS) als auch das Verstärker-SQUID (VS) integriert und bereits miteinander verschaltet. Als Verstärker-SQUID dient hier ein 16-fach SQUID-Array.

Über die Kontaktflächen auf der rechten Seite des Chips können die sich auf einem separaten Chip befindlichen mäanderförmigen Detektionsspulen mit Hilfe von ultraschallgeschweißten Aluminiumdrähten parallel mit der auf dem Chip vorhandenen Einkoppel-

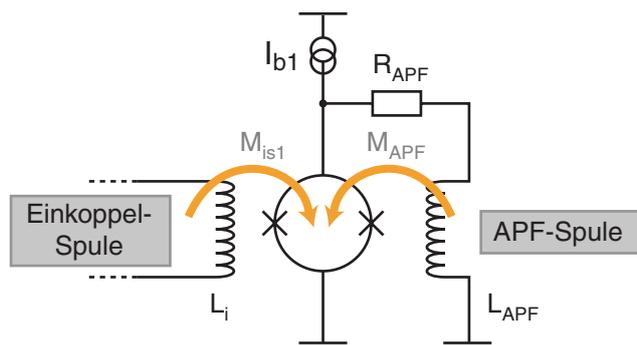
spule des Detektor-SQUIDs verbunden werden. Die sich auf der linken Seite des Chips befindlichen Kontaktflächen dienen hingegen dem Anschluss der bei Zimmertemperatur arbeitenden Ausleseelektronik.



**Abbildung 6.6:** (links): Kennlinie des auf dem C4XS116W-Chip integrierten Verstärker-SQUID-Arrays. Die Steigung der Kennlinie im Arbeitspunkt beträgt  $V_{\Phi} = 1,76 \text{ mV}/\Phi_0$ . (rechts): Gesamtkennlinie des doppelstufigen SQUID-Aufbaus. Die Steigung der Kennlinie im Arbeitspunkt mit positiver Steigung beträgt  $V_{\Phi,p} = 2,15 \text{ mV}/\Phi_0$ , während sie auf der negativen Flanke den Wert  $V_{\Phi,n} = -0,83 \text{ mV}/\Phi_0$  annimmt.

In Abbildung 6.6 ist links die Kennlinie des Verstärker-SQUID-Arrays und rechts die Gesamtkennlinie der doppelstufigen SQUID-Anordnung gezeigt. Während die Verstärker-SQUID-Kennlinie nahezu symmetrisch ist, zeigt die Gesamtkennlinie ein stark asymmetrisches Verhalten und verfügt je nach Wahl des Arbeitspunktes über zwei unterschiedliche Transferkoeffizienten. Dieser nimmt für die positive Flanke einen Wert von  $V_{\Phi,p} = 2,15 \text{ mV}/\Phi_0$  an, wohingegen er im Arbeitspunkt auf der negativen Flanke den Wert  $V_{\Phi,n} = -0,83 \text{ mV}/\Phi_0$  besitzt. Zusammen mit der Steigung  $V_{\Phi} = 1,76 \text{ mV}/\Phi_0$  der Kennlinie des Verstärker-SQUIDs ergibt sich hieraus für die Fluss-zu-Fluss-Verstärkung ein Wert von  $G_{\Phi,p} = 1,22$  bzw.  $G_{\Phi,n} = 0,47$ . Die Betrachtungen zum Rauschen des doppelstufigen Aufbaus haben gezeigt, dass ein größeres  $G_{\Phi}$  zu einem kleineren scheinbaren Rauschen des Detektor-SQUIDs führt. Daher wurde im Rahmen der Messungen stets der Arbeitspunkt auf der Kennlinie gewählt, der über die größere Fluss-zu-Fluss-Verstärkung verfügt.

Erklärt werden kann die Asymmetrie der Gesamt-Kennlinie dadurch, dass das Detektor-SQUID zur künstlichen Aufsteilung der Kennlinie mit einer weiteren Funktionalität ausgestattet ist, die als sogenanntes Additional-Positive-Feedback (APF) [Dru03] bezeichnet wird. In Abbildung 6.7 ist das Schaltbild des APF gezeigt. Hierzu werden ein Widerstand  $R_{\text{APF}}$  und eine Spule mit einer Gegeninduktivität  $M_{\text{APF}}$  parallel zu dem SQUID verschaltet. Der über eine Einkoppelspule in das SQUID eingebrachte Fluss führt zu einem Spannungsabfall, sowohl über dem SQUID, als auch über dem zusätzlichen Zweig.



**Abbildung 6.7:** SQUID mit Additional-Positive-Feedback (APF). Der über die APF-Spule zusätzlich in das SQUID eingekoppelte Fluss führt zu einer Asymmetrie der Fluss-Spannungs-Kennlinie des SQUIDS, die sich in einem zweistufigen Aufbau auch auf die Gesamtkennlinie auswirkt (vgl. Abbildung 6.6).

Der hieraus resultierende Strom durch die APF-Spule verursacht über die Gegeninduktivität  $M_{APF}$  einen zusätzlichen Fluss im SQUID. Dies führt zu einem Aufsteilen der positiven Flanke der Spannungs-Fluss-Kennlinie des Detektor-SQUIDS, während die negative Flanke gleichzeitig abgeflacht wird. Die auf diese Art hervorgerufene Asymmetrie der Kennlinie des Detektor-SQUIDS führt entsprechend auch zu einer Asymmetrie der Gesamt-Kennlinie.

## 7. Erzeugung tiefer Temperaturen

Eine Voraussetzung für den Betrieb magnetischer Kalorimeter ist die Erzeugung von Temperaturen im Bereich zwischen 10 mK und 100 mK. Dieser Temperaturbereich lässt sich heute anhand unterschiedlicher Kühlmethoden mit vertretbarem Aufwand erreichen. Einen Überblick der heute gängigsten Kühlmethoden wird in [Ens05] und [Pob07] gegeben. Die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Experimente wurden in einem  $^3\text{He}/^4\text{He}$ -Verdünnungskryostaten durchgeführt. Das dabei zugrunde liegende Kühlprinzip wird in der oben angegebenen Literatur ausführlich beschrieben. Es wird daher an dieser Stelle nicht näher darauf eingegangen werden. Abbildung 7.1 zeigt sowohl eine schematische Darstellung als auch ein Photo, des im Rahmen dieser Arbeit verwendeten  $^3\text{He}/^4\text{He}$ -Verdünnungskryostaten. Die wichtigsten Komponenten sind dabei im Bild angegeben.

Den kältesten Ort im Kryostaten stellt die Mischkammer (8) dar. An dieser ist eine aus Kupfer<sup>1</sup> bestehende Experimentierplattform montiert, auf der die Experimente (16) befestigt werden können. Die Temperatur der Experimentierplattform wird mit Hilfe eines Widerstandsthermometers (10) aus  $\text{RuO}_2$  bestimmt. Das Thermometer wurde vom Walther-Meißner-Institut in München kalibriert und besitzt im Bereich zwischen 20 mK und 40 mK eine relative Empfindlichkeit von  $d \log(R)/d \log(T) \simeq -1,5$ . Der Widerstandswert wird von einer Widerstandsmessbrücke des Typs SIM921<sup>2</sup> ausgelesen und besitzt eine relative Genauigkeit von  $2,4 \cdot 10^{-4}$ . Zusammen mit der Empfindlichkeit des Thermometers ergibt sich damit eine relative Temperaturungenauigkeit von  $\Delta T/T \simeq 3,7 \cdot 10^{-6}$ . Zur Regelung der Temperatur wurde ein analoger PID-Regler verwendet. Dabei gibt die Widerstandsmessbrücke die Differenz zwischen Soll- und Istwert in Form eines analogen Spannungssignals aus. Dieses Signal dient als Eingangssignal des PID-Reglers. Der Ausgang des PID-Reglers wird mit dem sich auf der Mischkammer befindlichen Heizer (9) verbunden und sorgt so bei geeigneter Wahl der Regelparameter für eine Stabilisierung der Temperatur.

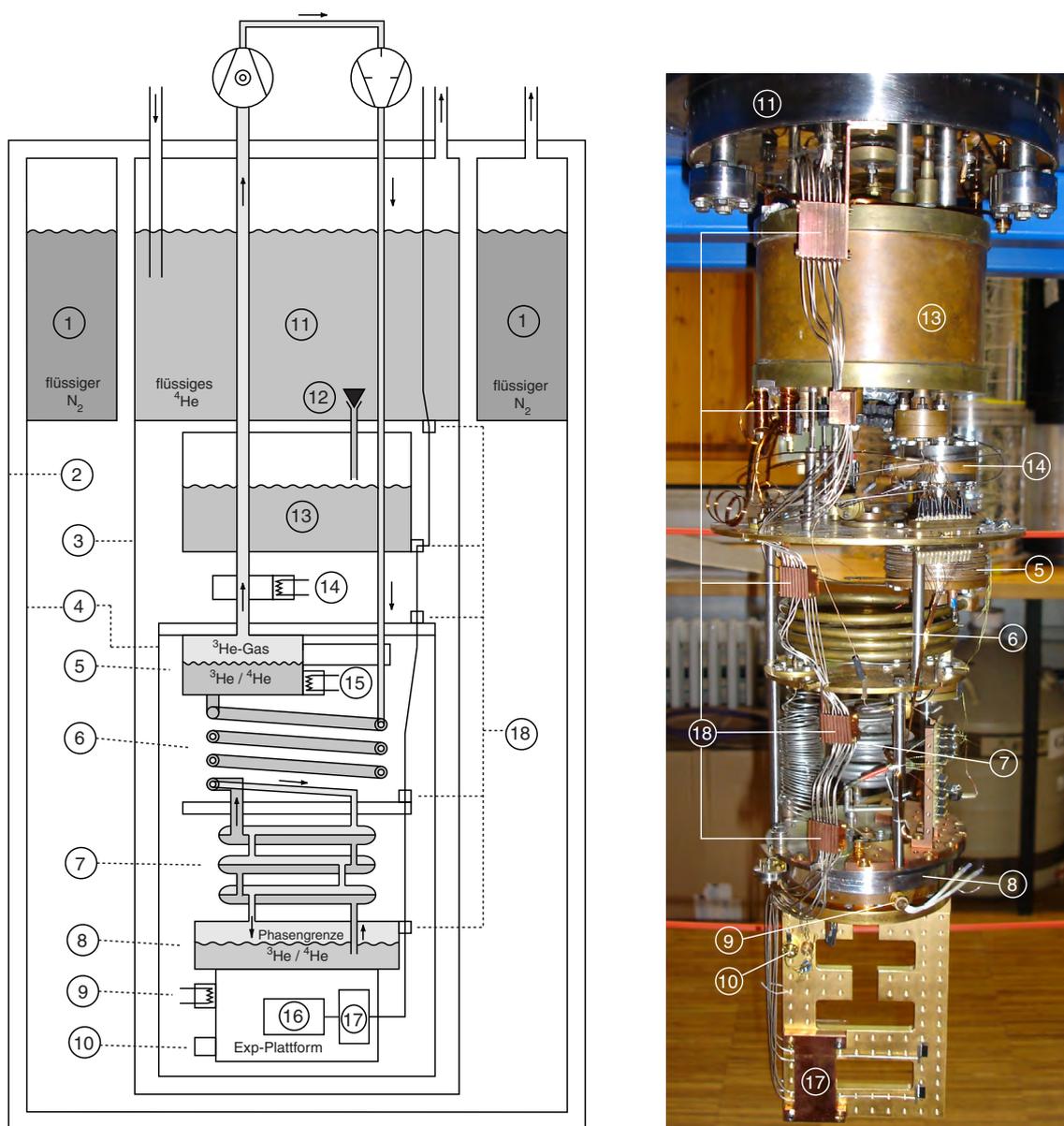
Der auf einem Messinghalter aufgebrachte Detektor (16) wird an der Experimentierplattform befestigt. Zum Anschluss des Detektors befindet sich neben dem experimentellen Aufbau eine Box (17), die es erlaubt, die ebenfalls auf dem Messinghalter untergebrachten SQUID-Magnetometer mit der sich bei Zimmertemperatur befindlichen SQUID-Elektronik zu verbinden. Zur Abschirmung der Verbindungskabel werden diese in NbTi/CuNi Kapillaren nach oben geführt. Die Kapillaren sind zur besseren thermischen Ankoppelung der Kabel an mehreren Stellen durch kleine mit dem Kryostaten verbundene Boxen (18) unterbrochen. In diesen Boxen verlassen die Kabel die Kapillaren und sind mit GE Varnish 7031<sup>3</sup>

---

<sup>1</sup>Zur Vermeidung zusätzlicher thermischer Grenzflächenwiderstände durch eine Oxidation des Kupfers wurde die Experimentierplattform galvanisch mit einer etwa 5  $\mu\text{m}$  dicken Goldschicht versehen.

<sup>2</sup>Hersteller: Stanford Research Systems, Inc., Sunnyvale, Ca, USA, [www.thinkSRS.com](http://www.thinkSRS.com)

<sup>3</sup>Bei GE Varnish 7031 handelt es sich um einen Spulenlack, der sich in der Kryotechnik aufgrund



**Abbildung 7.1:** Aufbau des Mischkryostaten: (1) Stickstoff-Bad, (2) Äußerer Vakuumpotf, (3) Innere Vakuumpotf, (4) Strahlungsschilde, (5) Verdampfer/Still, (6) Kontinuierlicher Wärmetauscher, (7) Stufen-Wärmetauscher, (8) Mischkammer, (9) Mischkammer-Heizer, (10) Thermometer, (11) Helium-Bad, (12) Nadelventil, (13) 1K-Topf, (14) Film-Brenner, (15) Heizer für den Verdampfer, (16) Experiment, (17) Anschlussbox für die SQUIDS, (18) Thermische Ankoppungen für die in Cu/Ni-Kapillaren geführten SQUID-Zuleitungen

auf dem Boden der aus Kupfer bestehenden Boxen geklebt.

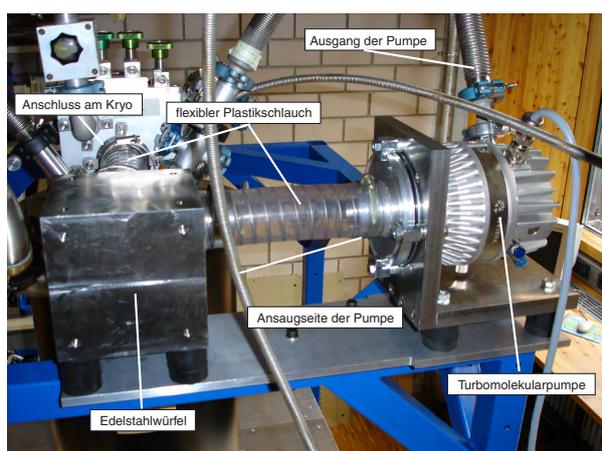
Im Folgenden wird noch auf einige Besonderheiten des Kryostaten eingegangen. Verglichen mit dem üblichen Aufbau eines Verdünnungskryostaten zeichnet sich der hier verwen-

---

seiner Eigenschaften bei tiefen Temperaturen als Kleber etabliert hat. Er kann beispielsweise von der Firma CRYO-TECHNICS, Buettelborn, Deutschland bezogen werden.

dete Kryostat dadurch aus, dass das Experimentiervolumen nicht von einem mit Helium gefüllten Dewar umgeben ist. Stattdessen wird der Temperaturgradient zwischen der außerhalb des Kryostaten herrschenden Zimmertemperatur und den auf der Mischkammer erzeugten tiefsten Temperatur im Bereich einiger mK durch eine zwiebelschalenartige Anordnung von Wärmeschilden (3)+(4) aufrechterhalten. Neben den am Stickstoff-Bad und am Verdampfer angebrachten Töpfen fungiert auch der am Heliumbad angebrachte Innere Vakuumpotf als Wärmeschild. Die Töpfe sind dabei aus Aluminium gefertigt und weisen eine große Wärmeleitfähigkeit auf. Folglich besitzen sie in etwa die Temperaturen der thermischen Reservoirs an denen sie angebracht sind und schirmen so die Mischkammer sukzessive nach außen hin ab.

Die Kühlleistung eines Verdünnungskryostaten wächst proportional mit dem  $^3\text{He}$ -Durchfluss an, solange das zirkulierende Gas noch ausreichend von den Wärmetauscher vorgekühlt werden kann. Für die Zirkulation des Gemisches ist daher neben der Vorpumpe eine weitere Pumpe erforderlich, die in dem typischen Arbeitsbereich zwischen  $1 \cdot 10^{-2}$  mbar und  $1 \cdot 10^{-1}$  mbar über eine hinreichend große Saugleistung verfügt. Die zuvor verwendete Öldiffusionspumpe besaß den Nachteil, dass immer wieder Ölmoleküle in den Gemischkreis gelangen konnten. Dies hat in der Vergangenheit dazu geführt, dass Teile des Gemischkreises unter großem Aufwand ausgewechselt werden mußten. Die Pumpe wurde daher im Rahmen dieser Arbeit durch eine Turbomolekularpumpe ersetzt. Um eine möglichst große effektive Saugleistung zu erreichen, wurde darauf geachtet, dass die Rohrverbindung zwischen der Ansaugseite der Pumpe und dem Anschluß des Verdampfers an der Oberseite des Kryostaten möglichst kurz ist. Abbildung 7.2 zeigt ein Photo dieser Anordnung. Neben der Turbomolekularpumpe erkennt man noch einen etwa 30 kg schweren Edelstahlwürfel, der zur Schwingungsentkopplung des Kryostaten von der Turbomolekularpumpe dient. Der Edelstahlwürfel ist dazu über flexible Schläuche mit dem Kryostat und der Turbomolekularpumpe verbunden.



**Abbildung 7.2:** Photo der verwendeten Turbomolekularpumpe und des zu Schwingungsentkopplung verwendeten Edelstahlwürfels.



## 8. Mikrofabrikation der Detektoren

Die Strukturen der einzelnen Detektorkomponenten eines magnetischen Kalorimeters bewegen sich typischerweise im Bereich weniger Mikrometer. Um diese Strukturen reproduzierbar herstellen zu können, sind daher Mikrostrukturierungsverfahren notwendig. Die hierdurch erreichbare bessere Handhabbarkeit und Zuverlässigkeit beim Aufbau der Detektoren sind insbesondere für die Realisierung ganzer Detektorarrays grundlegende Voraussetzungen.

### 8.1 Grundlagen der Mikrostrukturierung

Die Mikrostrukturierung ist heute ein wichtiges und facettenreiches Themengebiet, welches in zahlreicher Literatur ausführlich beschrieben wird (z.B.[Men05]). Im Folgenden sollen die für die Arbeit relevanten Grundlagen der Mikrosystemtechnik kurz zusammengefasst und im Anschluss daran, hierauf aufbauend, die Herstellung der Detektionsspulen und der Sensoren beschrieben werden. Die Herstellung der Detektoren erfolgte im instituts-eigenen Reinraum der Klasse 100, wobei die Detektionsspulen und der Sensor in einem 5-Lagen-Prozess auf einem Substrat aufgebracht und mit Hilfe von Photolacken strukturiert wurden.

#### 8.1.1 Photolacke und deren Prozessierung

Bei Photolacken handelt es sich um Substanzen, deren Löslichkeit sich durch eine Belichtung mit UV-Strahlung beeinflussen lässt. Maßgeblich hierfür sind chemische Reaktionen innerhalb des Photolacks, die durch die Bestrahlung initiiert werden. Je nach photochemisch erzielter Löslichkeit wird hierbei zwischen Positiv- und Negativlacken unterschieden, wobei die Löslichkeit im Fall von Positivlacken durch die Bestrahlung mit UV-Licht erhöht wird, während sie sich im Fall von Negativlacken reduziert, da diese bei der Belichtung polymerisieren. Diese Eigenschaft von Photolacken erlaubt es, Strukturen auf einer Längenskala von wenigen Mikrometern und auch darunter zu erzeugen.

Der erste Schritt der Lackprozessierung besteht darin, den Lack homogen auf ein Substrat aufzubringen. Im Rahmen der Arbeit wurde dazu ein sogenanntes Spin-Coating-Verfahren verwendet. Das zu belackende Substrat wird dabei auf einem Halter befestigt. Danach wird der flüssige Photolack mit Hilfe einer Pipette in die Mitte des Substrats aufgebracht. Der Halter ist gleichzeitig Bestandteil einer Lackschleuder, und kann zur gleichmäßigen Verteilung des Lackes mit bis zu  $\omega = 6000$  U/min rotiert werden. Die Rotationsfrequenz bestimmt die endgültige Schichtdicke des Photolacks. Dabei richtet sich die optimale Umdrehungszahl zur Erzeugung einer bestimmten Schichtdicke nach der Visko-

sität des verwendeten Lackes. Die resultierende Schichtdicke nimmt etwa proportional zu  $\omega^{-0,5}$  ab. Bei dem sich anschließenden Softbake wird das belackte Substrat auf eine Heizplatte gelegt. Die Erwärmung führt zu einem Verdampfen des Lösungsmittels und damit zu einer Verfestigung des Lackes.

Mit Hilfe einer Belichtungsmaske, die über lichtdurchlässige und lichtundurchlässige Bereiche verfügt, können selektiv Bereiche des Photolacks belichtet und damit die Löslichkeit dieser Bereiche gezielt beeinflusst werden. Als Lichtquelle dient hierbei eine Quecksilberdampfampe. Die zum Abdecken des Photolackes verwendeten Masken bestehen in unserem Fall aus einem teilweise mit Chrom beschichteten UV-durchlässigen Glassubstrat. Auf die Herstellung dieser Masken wird zu einem späteren Zeitpunkt noch einmal näher eingegangen. Handelt es sich bei dem verwendeten Lack um einen Positiv-Lack, so werden die belichteten Bereiche löslich, während diese Bereiche im Fall eines Negativ-Lackes polymerisieren. Im Fall von Negativ-Lacken kann die zur Polymerisierung führende chemische Reaktion noch durch eine sich anschließende Erwärmung auf einer Heizplatte katalysiert werden. Die Zeit und Temperatur dieses Post-Exposure-Bakes richten sich nach dem verwendeten Lack und der Lackdicke. Die optimale Belichtungsdauer und Intensität hängen von der Transparenz des Lackes, den im Lack ablaufenden chemischen Prozessen, der Lackdicke und der Reflektivität des Substrates ab und müssen in der Regel für jede Substrat-Photolack-Kombination erneut bestimmt werden.

Nach dem Belichten wird das Substrat mit dem belichteten Lack in ein mit Entwicklerflüssigkeit gefülltes Gefäß getaucht, wodurch sich im Fall des Positiv-Lackes die belichteten und im Fall des Negativ-Lackes die unbelichteten Lackstrukturen herauslösen. Anschließend wird der Entwicklungsprozess noch in destilliertem Wasser abgestoppt. Dies ist notwendig, da sonst die verbleibenden Lackstrukturen trotz geringerer Löslichkeit nach einer gewissen Zeit vom Entwickler angegriffen werden.

Abhängig vom Photolack kann es sinnvoll sein, nach dem Entwicklungsschritt mit Hilfe einer Heizplatte noch einen sogenannten Hardbake durchzuführen, um die chemische Beständigkeit des Lackes zu erhöhen.

Zur Entfernung des strukturierten Lackes bieten sich je nach Problemstellung mehrere Möglichkeiten an. Durch geeignete Lösungsmittel wie z.B. DMF<sup>1</sup> oder NMP<sup>2</sup> kann selbst vollständig polymerisierter Lack wieder entfernt werden. Dies lässt sich durch eine Erhöhung der Temperatur des Lösungsmittels und dem Einsatz eines Ultraschallbades unterstützen.

Tabelle 8.1 zeigt die Prozessparameter, der im Rahmen dieser Arbeit für die Herstellung der Detektoren verwendeten Photolacke AZ 5214 E und AZ nLOF 2070.

---

<sup>1</sup>Abkürzung für das polare organische Lösungsmittel Dimethylformamid C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>NO

<sup>2</sup>Abkürzung für das thermisch sehr stabile und stark polare organische Lösungsmittel N-Methyl-2-pyrrolidon C<sub>5</sub>H<sub>9</sub>NO.

	<b>AZ 5214 E</b>	<b>AZ nLOF 2070</b>
Lackart	Positiv-Lack	Negativ-Lack
Spincoating	500 U/min für 7 s 3000 U/min für 30 s	500 U/min für 5 s 2000 U/min für 10 s
Softbake	100 °C für 1 min	100 °C für 13 min
Belichtungsintensität	125 mJ/cm <sup>2</sup>	820 mJ/cm <sup>2</sup>
Post-Exposure-Bake	-	115 °C für 2 min
Entwicklung	in AZ 351 B (1:4) für 30 s	in AZ 826 B (1:4) für 6 min
Hardbake	-	-
Lackdicke	1,6 μm	8 μm

**Tabelle 8.1:** Prozessparameter der Photolacke, die für die Herstellung der Detektoren eingesetzt wurden. Die Photolacke AZ 5214 E und AZ nLOF 2070 können über die Firma Microchemicals (Firmensitz: Ulm in Deutschland, [www.microchemicals.com](http://www.microchemicals.com)) bezogen werden. Bei dem Photoresist AZ 5214 E handelt es sich strenggenommen um einen Umkehrlack, der hier jedoch lediglich als Positiv-Lack verwendet wurde.

### 8.1.2 Beschichtungsverfahren

Das Spektrum heutiger Beschichtungstechniken umfaßt eine Vielzahl von Möglichkeiten, die sich abhängig von der Problemstellung mehr oder weniger eignen. Im Rahmen dieser Arbeit wurde zum Aufbringen der Schichten ausschließlich die Methode der Kathodenzerstäubung gewählt, die oft auch als Sputtern<sup>3</sup> oder als Sputterdeposition bezeichnet wird. Dieses Verfahren wird im Folgenden beschrieben.

#### Kathodenzerstäubung

Bei der Kathodenzerstäubung handelt es sich um einen rein physikalischen Prozess, bei dem Atome, Moleküle und auch ganze Atomcluster durch den Beschuss mit energiereichen Ionen aus einem Festkörper, dem sogenannten Target, herausgelöst werden. Zur Deposition dünner Filme wird in der Nähe des Target ein Substrat angebracht, so dass die aus dem Target ausgelösten Teilchen auf dem Substrat kondensieren und eine Schicht bilden können. Zum Auslösen der Teilchen aus dem Target wird über der Target-Oberfläche ein Plasma gezündet und aufrechterhalten. Zudem wird das Target auf ein negatives Potential gelegt, wodurch die im Plasma durch Stoßionisation erzeugten Ionenrümpfe in Richtung des Targets beschleunigt werden und dort beim Auftreffen einzelne Atome bzw. kleine Gruppen von Atomen aus dem Target herausschlagen. Zur Vermeidung chemischer Reaktionen zwischen den Plasmaionen mit den Targetionen wurde das Edelgas Argon verwendet.

Mit Hilfe der Kathodenzerstäubung können neben leitenden auch isolierende Schichten aufgebracht werden. Diese Eigenschaft wird unter anderem beim Aufbringen der als

<sup>3</sup>Vom Englischen 'to sputter', was soviel wie 'zerstäuben' bedeutet.

Schutz- und Isolationsschicht fungierenden  $\text{SiO}_2$ -Schicht ausgenutzt. Im Gegensatz zum thermischen Verdampfen besitzt das Sputtern den großen Vorteil, dass auch Legierungen aufgebracht werden können, die stark unterschiedliche Siedetemperaturen besitzen. Ferner werden deutlich größere Depositionsraten erreicht und der Materialverlust des Targets ist auch deutlich geringer.

Zur Erzeugung möglichst reiner Filme ist es wichtig, dass sich während des Sputterprozesses neben dem Prozessgas Argon möglichst wenige Restgasatome im Rezipienten der Apparatur befinden, da diese sonst in den Film eingebaut werden können und sich so negativ auf die Eigenschaften der Filme auswirken können. Tests haben beispielsweise gezeigt, dass beim zusätzlichen Einlaß geringer Luftmengen in den Rezipienten, die im Au:Er vorhandenen Erbiumionen zu Erbiumoxid reagieren, wodurch sich die thermodynamischen Eigenschaften der Filme gänzlich verändern. Zur Reduzierung der Restgasatome ist daher neben einem leistungsstarken Pumpensystem ein hoher Reinheitsgrad des Prozessgases erforderlich. Das hier verwendete Prozessgas verfügt über eine Reinheit von 6.0 N.

Die Sputterprozesse im Rahmen dieser Arbeit wurden je nach Prozessschritt in zwei unterschiedlichen Sputteranlagen durchgeführt. Bei einer der beiden Anlagen handelt es sich um eine kleine, selbstentwickelte Sputteranlage, die auf einer DC-Magnetron-Sputterkanone vom Typ TORUS 3 UHV<sup>4</sup> basiert, für ein 2 Zoll Target ausgelegt ist und einen Enddruck von etwa  $2 \cdot 10^{-8}$  mbar erreicht<sup>5</sup>. Der Zusatz 'Magnetron' deutet an, dass der von den im Plasma erzeugten Elektronen zurückgelegte Weg durch ein zusätzliches Magnetfeld künstlich vergrößert wird, so dass das Plasma auch noch bei verhältnismäßig kleinen Prozessgasdrücken aufrechterhalten werden kann. Bei der zweiten Anlage handelt es sich im Gegensatz zur ersten Anlage um eine kommerziell erhältliche Hochfrequenz-Magnetron-Sputteranlage vom Typ Alcatel SCM 601, die zudem die Zerstäubung isolierender Materialien ermöglicht. Zum Aufbringen der Materialien mit dieser Anlage wurde diese typischerweise auf einen Druck von  $\leq 5 \cdot 10^{-7}$  mbar evakuiert. Die Anlage verfügt über mehrere 4-Zoll-Targethalter und erlaubt es so mehrere Materialien nacheinander aufzubringen ohne die Anlage belüften und das Target wechseln zu müssen. Eine eingehende Betrachtung des Dioden-Hochfrequenz-Verfahrens und der hier verwendeten Anlage findet sich in [Web91]. Die kommerzielle Sputteranlage wurde zum Aufbringen von  $\text{SiO}_2$ , von Kupfer und von Gold verwendet, während mit der kleinen Anlage Au:Er und Niob aufgebracht wurden.

### 8.1.3 Lift-Off-Prozess und Ätz-Prozess

Zur Strukturierung der Schichten wurden im Rahmen dieser Arbeit zwei unterschiedliche Prozesse verwendet, der Lift-Off-Prozess und der Ätzprozess. Diese beiden Prozesse stellen eine Kombination aus der zuvor beschriebenen Lackprozessierung und den heute gängigen Beschichtungsverfahren dar.

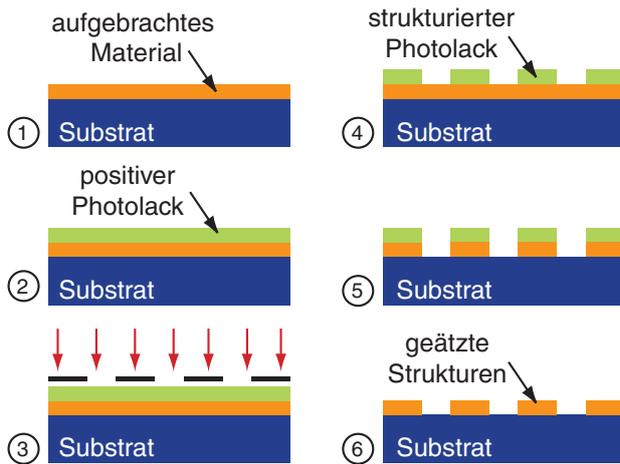
---

<sup>4</sup>Diese Sputterkanone wird von der Firma Kurt J. Lesker Company, Clairton, PA, USA vertrieben.

<sup>5</sup>Der Druck ist dadurch limitiert, dass die Sputteranlage nicht ausgeheizt werden kann.

## Ätzprozess

Abbildung 8.1 zeigt den Ätzprozess in schematischer Form. In einem ersten Schritt wird das Substrat mit einer dünnen Lage, des zu strukturierenden Materials beschichtet. Danach wird der anschließend auf dieser Schicht aufgebrachte Photolack belichtet und entwickelt. Als nächstes können die nun ungeschützten Material-Bereiche mit Hilfe einer für das Material geeigneten Ätzlösung entfernt werden. Abschließend wird noch der Restlack mit einem geeigneten Lösungsmittel entfernt.

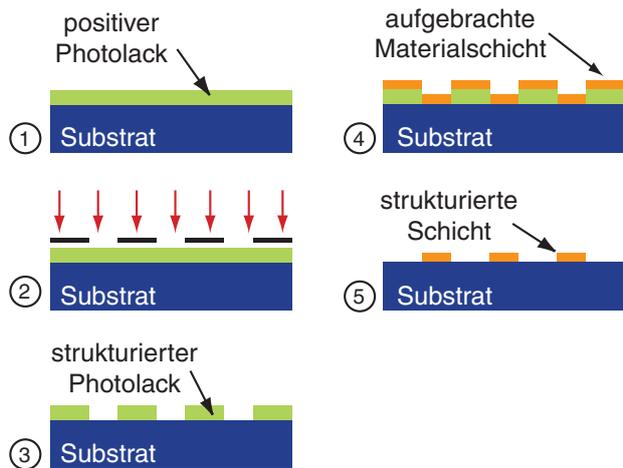


**Abbildung 8.1:** Schematische Darstellung des Ätzprozesses am Beispiel eines Positivlackes: **1)** Aufbringen der zu strukturierenden Materialschicht **2)** Aufbringen des Photolackes **3)** UV-Belichtung des Photolackes durch eine Schattenmaske **4)** Entwickeln des Lackes **5)** Ätzen der ungeschützten Materialschicht **6)** Entfernen des Restlackes.

## Lift-Off-Prozess

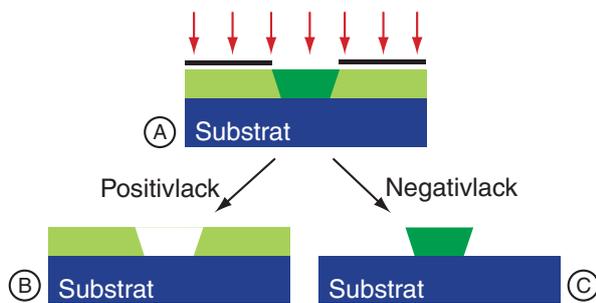
Abbildung 8.2 zeigt den Lift-Off-Prozess in schematischer Form. Zunächst wird der Photolack auf das Substrat aufgebracht, mit einer Schattenmaske belichtet und anschließend entwickelt. Beim Aufbringen der zu strukturierenden Materialschicht legt sich diese sowohl auf die ungeschützten Substratbereiche als auch auf den zuvor strukturierten Photolack. Entfernt man nun in einem letzten Schritt den Lack durch ein geeignetes Lösungsmittel, so wird auch die sich auf dem Lack befindende Materialschicht mit entfernt, während die direkt auf das Substrat aufgebrachte Schicht zurückbleibt.

Beim Lift-Off-Prozess ist darauf zu achten, dass das direkt auf das Substrat aufgebrachte Material nach Möglichkeit keine zusammenhängende Schicht mit dem sich auf dem Lack befindlichen Material bildet, da der Photolack sonst nicht vom Lösungsmittel erreicht und gelöst werden kann. Neben der Dicke der Lackschicht spielt dabei das Kantenprofil des jeweils verwendeten Photolackes eine zentrale Rolle. Abbildung 8.3 zeigt die jeweils entstehenden Kantenprofile im Fall eines Positiv- und eines Negativ-Lackes. Die Lichtmenge, die im Lack deponiert wird nimmt aufgrund von Absorptions- und Reflektionsprozesse mit zunehmender Eindringtiefe ab. Folglich ergibt sich im Fall von Negativ-Lacken ein Unterschnitt, während sich im Fall von Positiv-Lacken, je nach Lack, ein mehr oder weniger stark ausgeprägter böschungartiger Abfall ergibt. Die Schichtdicke der aufgetragenen Au:Er-Sensoren ist mit  $3,5 \mu\text{m}$  verhältnismäßig groß. Insbesondere in solchen Fällen empfiehlt sich aufgrund des Kantenprofils die Nutzung eines Negativ-Photolackes. Der hier



**Abbildung 8.2:** Schematische Darstellung des Lift-Off-Prozesses am Beispiel eines Positivlacks: 1) Aufbringen des Photolacks auf das Substrat 2) UV-Belichtung des Photolacks durch eine Schattenmaske 3) Entwickeln des Lacks 4) Aufbringen der zu strukturierenden Materialschicht 5) Entfernen des Photolacks inklusive der sich auf dem Lack befindlichen Materialschicht.

verwendete Lack vom Typ AZ nLOF 2070 zählt zu den Dicklacksen und zeichnet sich dadurch aus, dass sich durch Einfach-Belackungen Lackschichtdicken von bis zu  $20\ \mu\text{m}$  erreichen lassen.



**Abbildung 8.3:** Kantenprofile von Photolacken: A) Belichten des Photolacks: hellgrün = unbelichteter Lack, dunkelgrün = belichteter Lack. B) Kantenprofil im Fall eines Positivlacks C) Kantenprofil im Fall eines Negativlacks

## 8.2 Herstellung und Funktionsweise der Detektoren

### 8.2.1 Herstellung der Belichtungsmasken

Die zur Belichtung des Photolacks erforderlichen Schattenmasken wurden in einem Maskenschreiber des Typs DWL66 der Firma Heidelberg Instruments im institutseigenen Reinraum gefertigt. Die von der Firma Stella Coparation<sup>6</sup> kommerziell erhältlichen Rohmasken bestehen aus einer UV-durchlässigen vier Zoll großen quadratischen Glasplatte, auf der eine lichtundurchlässige Chromschicht aufgebracht ist. Die Chromschicht selbst ist von einer Positiv-Lackschicht bedeckt. Dieser Zustand entspricht der in Abbildung 8.1 in Schritt 2) dargestellten Situation und auch die restliche Prozessierung wird analog zu dem dort dargestellten Verlauf durchgeführt. Lediglich die Belichtung erfolgt mittels des bereits oben erwähnten Maskenschreibers, wobei die Strukturen mit einem Laser direkt in die Lackschicht 'geschrieben' werden. Zum Abstoppen des Entwicklungsprozesses als auch des nasschemischen Ätzprozesses wird die Chrommaske jeweils in ein mit destilliertem Wasser

<sup>6</sup>Der Firmensitz von Stella Coparation ist in Funabashi, Chiba, Japan, [www.stellacorp.co.jp](http://www.stellacorp.co.jp).

gefülltes Gefäß getaucht. Als Ätzlösung für das Chrom wurde hier die Chromätze Chrome Etchant 18 der Firma Shipley<sup>7</sup> eingesetzt.

### 8.2.2 Herstellung und Aufbau der mäanderförmigen Detektionsspulen

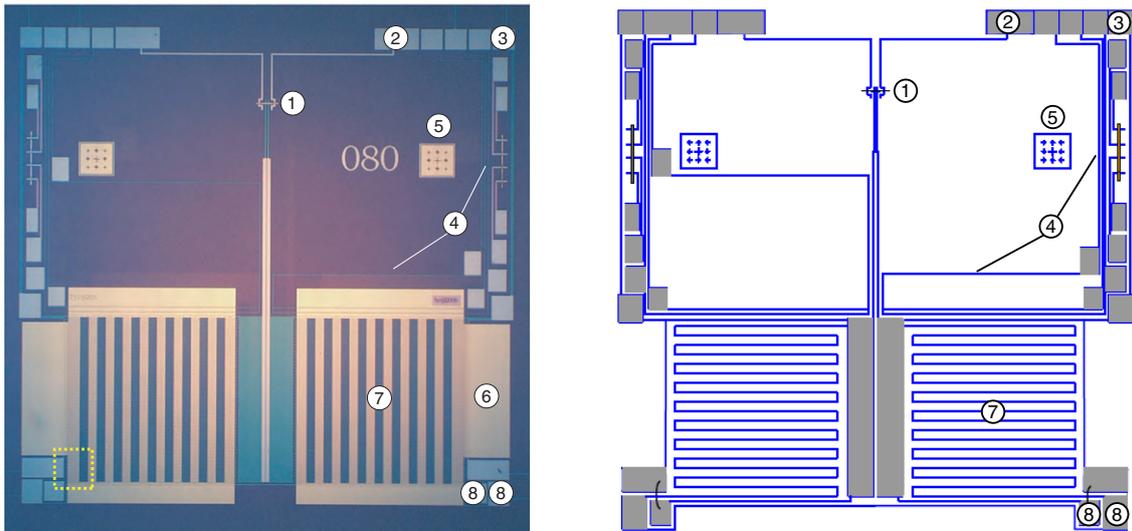
Abbildung 8.4 zeigt eine lichtmikroskopische Aufnahme und eine schematische Darstellung der im Rahmen dieser Arbeit mikrostrukturierten mäanderförmigen Detektionsspulen (7). Der gezeigte Chip ist quadratisch und besitzt eine Seitenlänge von 3,5 mm und ist etwa 0,33 mm dick. Während die Detektionsspulen im Fall des Photos teilweise von einer streifenartigen Gold-Struktur (6) bedeckt sind, wurde diese Struktur im Fall der schematischen Darstellung der Übersichtlichkeit halber nicht mit eingezeichnet. Diese aus Gold bestehende Struktur kann über eine metallische Verbindung direkt ans Wärmebad gekoppelt werden und dient<sup>8</sup> einer besseren Thermalisierung des hierauf aufgebrachtens Sensors. Die von den Thermalisierungsstrukturen bedeckten mäanderförmigen Detektionsspulen besitzen jeweils eine Grundfläche von  $1 \text{ mm} \times 1 \text{ mm}$ , eine Strukturbreite von  $w = 5 \mu\text{m}$  und einen Mitte-zu-Mitte-Abstand der Mäanderstreifen von  $p = 10 \mu\text{m}$ . Während die einzelnen Mäanderstreifen aufgrund der Auflösung der Photographie kaum sichtbar sind, lassen sich diese in Abbildung 8.7 (rechts) klar erkennen. Der dort dargestellte Ausschnitt zeigt eine Vergrößerung des in Abbildung 8.4 mit einer gelben gestrichelten Linie markierten Bereichs in einer späteren Phase der Fabrikation. Zum Anschluß der Einkoppelspule des Detektor-SQUIDS besitzen die Detektionsspulen zwei Kontaktierungsflächen (8). Das für den Betrieb des Detektors notwendige Magnetfeld im Volumen des Sensors wird durch einen Dauerstrom erzeugt, der in dem aus den beiden Detektionsspulen bestehenden Stromkreis präpariert wird. Zur Präparation sind die supraleitenden Detektionsspulen mit einem sogenannten Dauerstromschalter (1) ausgestattet, der über zwei Kontaktierungsflächen für die Feldleitungen (3) und zwei Kontaktierungsflächen für den Widerstand (2) verfügt. Das Funktionsprinzip als auch die Herstellung dieses Schalters werden im nächsten Abschnitt beschrieben.

Die aus Niob bestehenden mäanderförmigen Detektionsspulen werden über ein nasschemisches Ätzverfahren auf dem aus Saphir bestehenden Substrat strukturiert. Der Saphir-Wafer<sup>9</sup> ist dabei kreisförmig und besitzt einen Durchmesser von 2 Zoll und eine Dicke von  $330 \mu\text{m}$ . In einem ersten Schritt wird die Niobschicht über einen DC-Magnetron-Sputterprozess mit der in Kapitel 8.1.2 erwähnten selbstentwickelten, kleinen Sputteranlage auf dem Substrat aufgebracht. Für den Betrieb wird die Anlage mit einer Turbomolekularpumpe zunächst auf einen Basisdruck von  $2 \cdot 10^{-8} \text{ mbar}$  evakuiert. Der Prozessgasdruck des anschließend kontinuierlich in den Rezipienten eingelassenen Argon-Gases mit einer Reinheit von 6.0 N wird bei gedrosselt laufender Turbomolekularpumpe über ein Dosier-

<sup>7</sup>Die Ätzlösung kann über die Firma Microchemicals, Ulm (Deutschland), [www.microchemicals.com](http://www.microchemicals.com) bezogen werden.

<sup>8</sup>Aufgrund später noch zu beschreibenden Gründe wurde diese jedoch bei den Experimenten nicht eingesetzt.

<sup>9</sup>Saphir-Wafer mit der Orientierung (11-20) A-plane von der CrysTec GmbH, Berlin, [www.crystec.de](http://www.crystec.de).



**Abbildung 8.4:** Lichtmikroskopische Aufnahme und schematische Darstellung des Detektor-Chips. Die wichtigsten Komponenten sind durch Zahlen gekennzeichnet: (1) Dauerstrom-Schalter, (2) Kontaktierungsflächen des Heizers, (3) Kontaktierungsflächen der Feldleitungen, (4) Teststrukturen, (5) Alignment-Hilfe, (6) Thermalisierungsstruktur, (7) Mäanderförmige Detektionsspule (8) Kontaktierungsflächen für die Einkoppelspule des Detektor-SQUIDs.

ventil auf einen Wert von  $3 \cdot 10^{-4}$  mbar eingestellt. Bei einer Sputterleistung von 100 W beträgt die Depositionsrate 47 nm/min. Im Anschluss wird der Lack vom Typ AZ 5214 E entsprechend der in Tabelle 8.1 angegebenen Prozessparameter aufgebracht und strukturiert. Der abschließende Ätzprozess erfolgt mit einer Lösung aus 1 Teil Flußsäure (HF), 6 Teilen Salpetersäure ( $\text{HNO}_3$ ) und 10 Teilen Wasser ( $\text{H}_2\text{O}$ ).

Für Strukturen, die in einem späteren Prozessschritt aufgebracht werden stellen gerade die Kanten bereits vorhandener Strukturen beim 'Überqueren' eine strukturelle Schwachstelle dar. Ein wesentlicher Vorteil des Ätzprozesses gegenüber dem Lift-Off-Prozess liegt darin, dass die hiermit herstellbaren Niobstrukturen ein eher abgerundetes Kantenprofil aufweisen und so ein 'Überqueren' erleichtern.

Nach der Strukturierung des Niobs wird die Oberfläche der Niob-Struktur über einen Anodisierungsprozess hochohmig oxidiert. Ziel dieser Oxidschicht ist es einen leitenden Kontakt zu den später aufgetragenen metallischen Schichten, wie etwa der Au:Er-Sensoren bzw. Ag:Er-Sensoren, zu vermeiden. Die später für die Kontaktierung erforderlichen Bondpads werden hierzu zunächst mit Photolack vom Typ AZ 5214 E abgedeckt. Als nächstes wird das Substrat zusammen mit einer Platinelektrode in eine Lösung aus 39 g Ammonium-Pentaborat ( $(\text{NH}_4)\text{B}_5\text{O}_8$ ), 190 ml Wasser ( $\text{H}_2\text{O}$ ) und 280 ml Ethylen-Glycol ( $\text{C}_4\text{H}_{10}\text{O}_2$ ) gegeben. Legt man nun eine Gleichspannung von etwa 25 V zwischen der als Anode wirkenden Niobstruktur und der als Kathode wirkenden Platinelektrode an, so führt dies zu einem Oxidieren der Niob-Struktur, wobei sich die Oberfläche in  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  umwandelt. Die so erzeugte Oxidschicht ist 30 nm – 50 nm dick und führt zu einem auf die Niob-Fläche bezogenen Übergangswiderstand von  $7,35 \cdot 10^6 \Omega \text{ mm}^2$ . Entsprechend ergibt sich für die beiden

mäanderförmigen Detektionsspulen die zusammen eine Niob-Fläche von etwa  $1 \text{ mm}^2$  besitzen ein Übergangswiderstand von  $7,35 \text{ M}\Omega$ . Im Anschluss an diese Anodisierung wird, vor der Entfernung des Photolackes, noch eine  $300 \text{ nm}$  dicke  $\text{SiO}_2$ -Schicht aufgebracht. Die Deposition des  $\text{SiO}_2$  erfolgt in einem HF-Sputterprozess. Diese Schicht erhöht nochmal den Übergangswiderstand und besitzt zum anderen eine Schutzfunktion gegenüber mechanischen Beschädigungen und elektrostatischen Entladungen. Die Überlegungen von Kapitel 4.3 haben gezeigt, dass sich ein größerer Abstand zwischen dem Sensor und den felderzeugenden mäanderförmigen Detektionsspulen negativ auf die Signalgröße auswirkt. Die Dicke der  $\text{SiO}_2$ -Schicht stellt daher einen Kompromiss zwischen mechanischer Stabilität und kleinst möglichem zusätzlichem Abstand zwischen Sensor und Detektionsspulen dar. Zum Schluss wird noch der Lift-Off des Lackes durchgeführt.

Messungen an den mäanderförmigen Detektionsspulen ergaben für den kritischen Strom der etwa  $5 \mu\text{m}$  breiten und  $400 \text{ nm}$  dicken Niob-Strukturen einen Wert von  $125 \text{ mA}$ . Dies entspricht einer kritischen Stromdichte von  $6,3 \cdot 10^6 \text{ mA/cm}^2$ . Das sogenannte Restwiderstands-Verhältnis<sup>10</sup> besaß dabei einen Wert von  $RRR = 5,8$ .

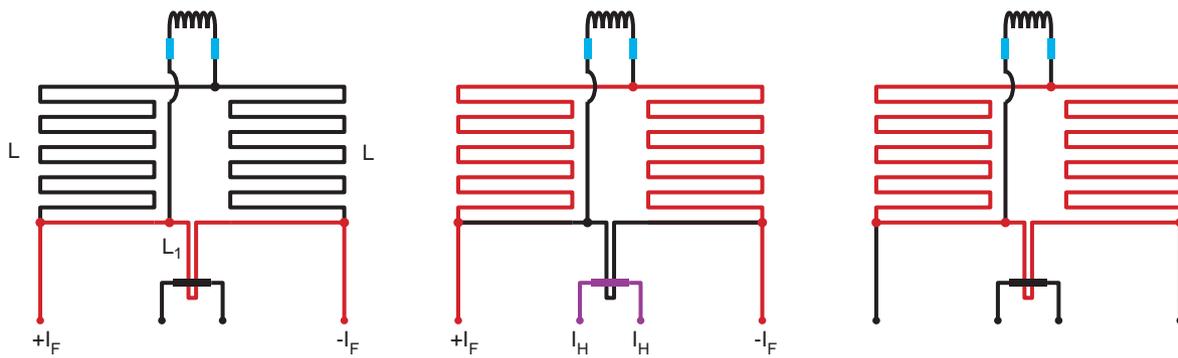
### 8.2.3 Herstellung und Funktionsweise des Dauerstrom-Schalters

In einem nächsten Schritt werden sowohl der zur Präparation des Dauerstromes notwendige resistive Heizer als auch die zuvor gezeigte Thermalisierungsstruktur auf die passivierten und mit  $\text{SiO}_2$  geschützten mäanderförmigen Detektionsspulen aufgebracht. Die  $250 \text{ nm}$  dicke Gold-Schicht wird mit Hilfe eines Lift-Off-Prozesses strukturiert. Hierbei kommt der Photolack AZ 5214 E zum Einsatz. Da Gold auf der  $\text{SiO}_2$ -Schicht eine nur unzureichende Haftung zeigt, wird zuvor jedoch noch eine als Haftschicht fungierende  $50 \text{ nm}$  dicke Kupferschicht aufgebracht. Sowohl die Kupfer- als auch die Gold-Schicht werden dabei DC-magnetron-gesputtert. Als elektrische Kontaktierung des Heizers dienen Niob-Zuleitungen, die bereits in der ersten Lage zusammen mit den Detektionsspulen aufgebracht wurden. Wie die Bond-Pads, so wurden auch die Stellen an denen der Heizer später mit diesen Zuleitungen überlappt beim Anodisieren und dem Aufbringen der  $\text{SiO}_2$ -Schicht durch Photolack geschützt. Die Tatsache, dass Niob im supraleitenden Zustand Magnetfelder verdrängt erlaubt eine gezielte Reduktion der Streuinduktivitäten. Dazu werden in einem weiteren Schritt erneut aus Niob bestehende Strukturen aufgebracht, die bestimmte Bereiche der Detektionsspulen abdecken. Das hierbei im Gegensatz zur ersten Nioblage über einen Lift-Off-Prozess<sup>11</sup> strukturierte Niob besitzt eine Schichtdicke von  $400 \text{ nm}$  und wird mit den gleichen Parametern aufgesputtert wie im Fall der ersten Niob-Lage.

Abbildung 8.5 zeigt die im Rahmen dieser Arbeit verwendete Methode zur Präpa-

<sup>10</sup>Das Restwiderstandsverhältnis  $RRR$  gibt dabei das Verhältnis des Widerstandes bei Raumtemperatur zu dem Wert bei  $4,2 \text{ K}$  wieder und ist ein Maß für die Qualität der Filme. Im Limes vieler Defekte geht das Restwiderstandsverhältnis gegen  $RRR = 1$ . Nachdem Niob bei  $9,2 \text{ K}$  supraleitend wird dient der Widerstandswert knapp oberhalb der Sprungtemperatur als Wert bei tiefen Temperaturen.

<sup>11</sup>Auch hier wird wieder der Photolack AZ 5214 E verwendet.



**Abbildung 8.5:** Schematische Darstellung der zur Präparation des Dauerstromes  $I_0$  verwendeten Methode.

ration des Dauerstroms. In einem ersten Schritt müssen die Verbindungen zwischen dem Detektionsspulen-Stromkreis und der Einkoppelspule des Detektor-SQUIDs normalleitend getrieben werden. Nachdem es sich bei den Verbindungen um dünne Aluminium-Drähte handelt, die eine Sprungtemperatur von  $T_c = 1,2\text{ K}$  besitzen, reicht es aus dazu die Temperatur des Kryostaten auf eine Temperatur oberhalb von  $1,2\text{ K}$ , aber gleichzeitig unterhalb der Sprungtemperatur von Niob  $T_c = 9,2\text{ K}$  zu stabilisieren. Speist man nun den 'einzufrierenden' Feldstrom  $I_F$  in die Feldleitungen ein, so fließt dieser aufgrund des ohmschen Widerstandes der Verbindungsdrähte lediglich durch die noch supraleitenden Niob-Strompfade, nicht aber durch die Einkoppelspule des Detektor-SQUIDs. Der eingespeiste Strom kann dabei entweder durch die beiden Mäander mit der Induktivität  $2L$  oder aber über den unteren Zweig mit der Induktivität  $L_1$  fließen. Die Tatsache, dass die beiden Mäander zu diesem Zeitpunkt einen supraleitenden geschlossenen Stromkreis bilden, führt dazu, dass sich die Ströme derart aufteilen, dass der Fluss innerhalb des supraleitend geschlossenen Stromkreises erhalten bleibt. Aufgrund der Induktivitätsverhältnisse wird der Strom, dabei hauptsächlich über den rot eingezeichneten Pfad von  $+I_F$  nach  $-I_F$  fließen.

In einem nächsten Schritt wird ein Strom  $I_H$  durch den Heizer geschickt, der es erlaubt den zunächst noch supraleitenden Stromkreis lokalisiert über die Sprungtemperatur von Niob zu heizen. Bei geeigneter Wahl des Heizstromes wird nur der sich in der Nähe des Heizers befindliche Teil der Detektionsspule normalleitend, wodurch nun Fluss ins Innere des Detektionsspulen-Stromkreises eindringen kann. Der nun ausschließlich durch die Mäander fließende Feldstrom führt zu einem magnetischen Fluss  $\Phi = 2LI_F$ .

Nach Beenden des Heizvorganges wird der normalleitend getriebene Teil der Detektionsspule wieder vollständig supraleitend und der Fluss innerhalb des supraleitenden geschlossenen Stromkreises stellt wieder eine Erhaltungsgröße dar. Schaltet man nun die äußere Stromzufuhr für den Feldstrom ab, so führt dies aufgrund der Flussenergieerhaltung zu einem Strom  $I_0$  durch die Induktivität  $2L + L_1$ . Ausgehend von  $L_1 \ll 2L$  ergibt sich für den so präparierten Dauerstrom der Wert:  $I_0 = \frac{2L}{L_1 + 2L} I_F \approx I_F$ .

### 8.2.4 Herstellung der Sensoren

Der folgende Abschnitt beschäftigt sich mit der Herstellung der paramagnetischen Sensoren im Fall des Ag:Er- und des Au:Er-Experimentes. Die bisher verwendeten paramagnetischen Sensoren wurde von Hand hergestellt und mit einem Epoxidharzkleber oder Vakuumpfett in das jeweilige SQUID (vgl. z.B. [Lin07]) bzw. auf die jeweilige mäanderförmige Detektionsspule (vgl. z.B. [Bur04] oder [Rot06]) geklebt. Im Rahmen dieser Arbeit war es erstmals möglich einen weiteren Mikrostrukturierungsschritt zu etablieren, der das zuverlässige und reproduzierbare Aufbringen von Au:Er-Sensoren erlaubt, deren thermodynamischen Eigenschaften im Temperaturbereich zwischen 22 mK und 300 K nahezu mit denen von Vollmaterial übereinstimmen. Im Gegensatz hierzu wurden die Ag:Er-Sensoren noch mit der Hand hergestellt und auf die Detektionsspulen aufgebracht.

#### Herstellung der Ag:Er-Sensoren

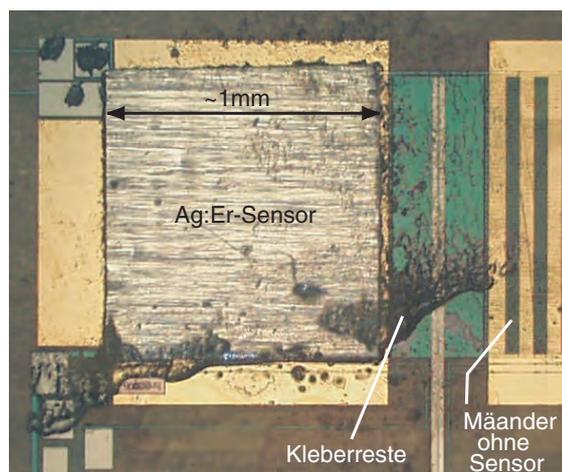
Zur Herstellung der Ag:Er-Sensoren wurde zunächst das Sensormaterial aus hochreinem Silber und isotoopenreinem Erbium in einem Lichtbogenofen hergestellt. Das so erzeugte Sensormaterial besaß eine Konzentration von etwa 1260 ppm und wurde in einem nächsten Schritt mit einer Walze mechanisch auf eine Dicke von etwa  $7,25 \mu\text{m}$  gebracht. Die Ag:Er-Folie wurde dann mit einer Rasierklinge zugeschnitten. Dabei wurde versucht die Größe der Folie möglichst gut an die Grundfläche der mäanderförmigen Detektionsspule anzupassen. Anschließend wurde der so hergestellte Sensor mit Hilfe einer kleinen Menge von Stycast 1266<sup>12</sup> auf den Mäander geklebt. Um den Abstand zwischen dem Sensor und den Detektionsspulen möglichst gering zu halten, wurde der Sensor mit einer Handhebelpresse auf den Mäander gedrückt, wobei der Anpressdruck gleichzeitig wiederum so gering gewählt wurde, dass das Substrat und die aufgebrachten Strukturen nicht zerstört wurden. Der so aufgebrachte Sensor ragt auf jeder Seite etwa  $50 \mu\text{m}$  über die Grundfläche des Mäanders. In Abbildung 8.6 ist eine mikroskopische Aufnahme des auf diese Weise bestückten Detektor-Chips gezeigt.

#### Herstellung der Au:Er-Sensoren

Die Herstellung und das Aufbringen der Sensoren mit der Hand besitzt im Wesentlichen drei Nachteile: (I): Zum einen wird beim Aufpressen der Sensoren eine große Kraft auf den Detektor-Chip und die darauf aufgebrachten Strukturen ausgeübt. Hierdurch erhöht sich die Wahrscheinlichkeit möglicher mechanischer Beschädigungen auf dem Detektorchip. Kleine Beschädigungen sind mit dem Mikroskop meist nicht erkennbar, da die betroffenen Strukturen von dem aufgebrachten Sensor verdeckt werden. Gleichzeitig können sie jedoch zu einem Totalausfall des Detektors führen. (II) Zum anderen vergrößert sich der Abstand

---

<sup>12</sup>Dieser tieftemperaturtaugliche Epoxidharzkleber wird von der Firma Emerson und Cuming in Wetterlo (Belgien) hergestellt.

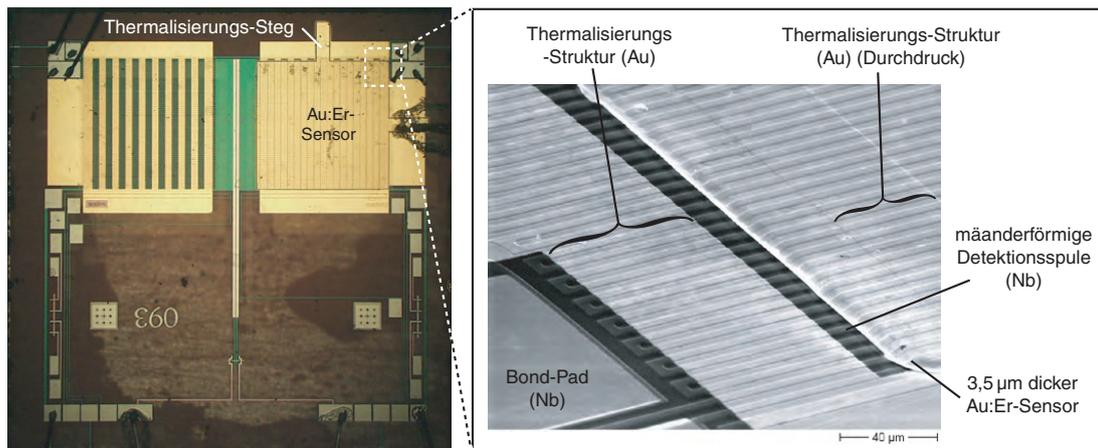


**Abbildung 8.6:** Ausschnitt des mit einem Ag:Er-Sensor bestückten Detektor-Chips. Trotz der geringen Menge an Epoxidharzkleber, die zum Aufkleben verwendet wurde, erkennt man auf dem Chip Kleberückstände, die beim Aufpressen der Ag:Er-Folie unter der Folie hervortraten.

zwischen Sensor und Mäander durch die zusätzliche Klebeschicht und führt damit zu einer Signalreduktion (vgl. Kapitel 4.3). (III) Denkt man an die Reproduzierbarkeit und Handhabbarkeit bei der Herstellung einer Vielzahl gleichartiger Detektoren für beispielsweise ein Detektorarray, so wird deutlich, dass die Mikrostrukturierbarkeit der Sensoren eine wesentliche Voraussetzung für diese Zielsetzung darstellt. Aber auch das Einstellen der in Kapitel 4.5 diskutierten optimalen Parametern ist nur anhand eines entsprechenden Mikrostrukturierungsverfahren tatsächlich realisierbar.

Diese Nachteile lassen sich durch die Mikrostrukturierung der Sensoren umgehen. In der Vergangenheit hat sich jedoch gezeigt, dass die Qualität der so aufgebracht Filme empfindlich von dem verwendeten Beschichtungsverfahren und den hierbei gewählten Prozessparametern abhängt. In [Zin06] wurden Au:Er-Schichten einerseits mit einem thermischen Co-Evaporationsverfahren und zum anderen mit einem Sputterprozess aufgebracht und anschließend charakterisiert. Hierbei ergaben sich für die durch den Sputterprozess aufgetragenen Filme deutlich bessere Ergebnisse. Dennoch zeigte die bei hohen Magnetfeldern (5 T) gemessene Magnetisierung auch für diese Filme nur eine Übereinstimmung mit dem theoretisch erwarteten Verhalten im Temperaturbereich zwischen etwa 20 K und 300 K und wich unterhalb von 20 K stattdessen signifikant vom erwarteten Verhalten ab. Bei tiefen Temperaturen und kleinen Magnetfeldern beschränkte sich der Bereich, in dem die gemessene Magnetisierung mit der Theorie übereinstimmte, auf einen sehr kleinen Bereich, wobei die Abweichung zu tiefen Temperaturen hin stark zunahm.

Die Au:Er-Filme wurden im Rahmen dieser Arbeit mit einem DC-Magnetron-Sputter-Verfahren auf den Chip aufgebracht und über einen Lift-Off-Prozess strukturiert. Die Schichtdicke der Au:Er-Sensoren wurde dabei entsprechend der Optimierungsbedingungen auf einen Wert von  $3,5 \mu\text{m}$  eingestellt. Hierzu wurde der Negativ-Photolack AZ nLOF 2070 verwendet und entsprechend der Parameter in Tabelle 8.1 prozessiert. Die hiermit realisierbaren Unterschnitte und die Tatsache, dass es sich bei dem Lack um einen Dicklack handelt, sind wichtige Voraussetzungen (vgl. hierzu Kapitel 8.1.3) für die erfolgreiche Strukturierung der verhältnismäßig dicken Au:Er-Sensoren. Als Sputtertarget diente



**Abbildung 8.7:** (links): Lichtmikroskopische Aufnahme des zu Ende prozessierten Au:Er-Detektor-Chips. Zur Charakterisierung der aufbrachten Au:Er-Schicht sind Messungen der Magnetisierung notwendig. Daher wurde nur auf einer der beiden Detektionsspulen ein Au:Er-Sensor strukturiert. Zur besseren Thermalisierung des Sensors besitzt dieser zwei Thermalisierungsstege ( $300\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m} \times 3,5\ \mu\text{m}$ ). Über diese kann der Sensor mit ultraschallgeschweißten Gold-Drähten direkt mit dem Wärmebad verbunden werden. (rechts): Rasterelektronenmikroskop-Aufnahme des mit einer weiß gestrichelten Linie markierten Bereiches.

hier ein Au:Er-Sputtertarget<sup>13</sup> mit einer natürlichen Isotopenzusammensetzung und einer Erbium-Konzentration von 820 ppm. Für den Sputterprozess wurde die Sputter-Kammer zunächst auf einen Basisdruck von  $< 3 \cdot 10^{-8}$  mbar evakuiert. Im Anschluss daran ließ man über ein Dosierventil Argon-Gas (6.0 N) ins Innere der Vakuum-Kammer strömen, wobei der Gasfluss so einstellt wurde, dass sich bei gedrosselt laufender Turbopumpe für den Prozessgasdruck ein Wert von  $4 \cdot 10^{-3}$  mbar ergab. Bei einer Leistung von 40 W erhielt man für die Au:Er-Filme eine Aufwachsrate von 90 nm/min.

Abbildung 8.7 (links) zeigt den so vollständig mikrostrukturierten Detektor-Chip des Au:Er-Experiments. Die Magnetisierung stellt eine wichtige Größe zur Charakterisierung der Au:Er-Filme dar. Da eine Messung der Magnetisierung aufgrund des gradiometrischen Prinzips der beiden parallel zueinander verschalteten Detektionsspulen nur möglich ist, wenn nur einer der beiden Mäander mit einem Sensor versehen wird, wurde im Experiment auf den zweiten Sensor verzichtet. Für eine bessere Thermalisierung wurde der Sensor zusätzlich mit zwei Thermalisierungsstegen ausgestattet, die über dünne ultraschallgeschweißte Golddrähte direkt an das Wärmebad angekoppelt werden können.

Abbildung 8.7 (rechts) zeigt eine Rasterelektronenmikroskop-Aufnahme des mit einer weiß gestrichelten Linie markierten Bereiches, wobei die in der ersten Lage mäanderförmig verlaufenden Streifen der Detektionsspule deutlich erkennbar sind. Neben der Thermalisierungsschicht sind ferner noch zwei Bond-Pads zu sehen, die der Kontaktierung der Mäander dienen. Die abschließend aufbrachten  $3,5\ \mu\text{m}$  dicken Au:Er-Sensoren besitzen

<sup>13</sup>Das Target wurde von der Firma MaTeck, Jülich (Deutschland), [www.MaTeck.de](http://www.MaTeck.de) hergestellt.

ein abgerundetes Kantenprofil und sind klar von den anderen Strukturen abgegrenzt.

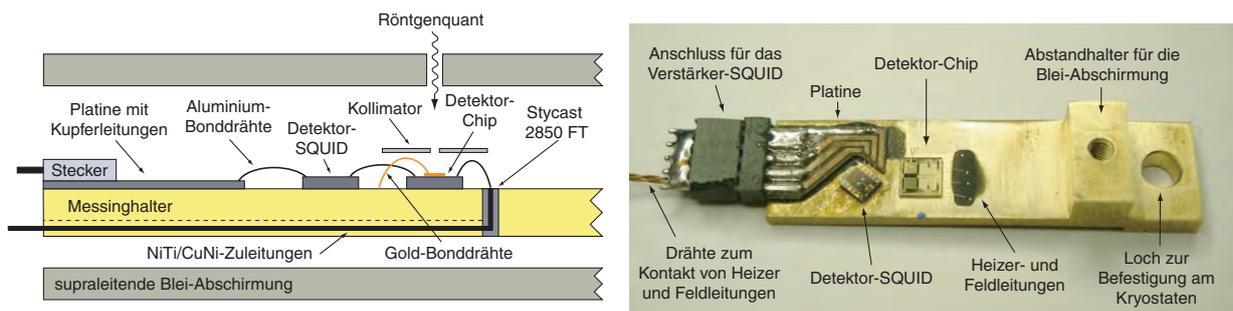
## 9. Detektoraufbau

Nachdem sich das Kapitel 8 mit der Herstellung der Detektoren auseinandergesetzt hat, wird sich das folgende Kapitel mit dem Detektoraufbau des Au:Er-Experimentes als auch des Ag:Er-Experimentes beschäftigen. Hierbei werden sowohl die beiden Aufbauten als auch die Leitungsführung und die zur Charakterisierung verwendeten Röntgenquellen vorgestellt.

### 9.1 Detektoraufbauten

#### 9.1.1 Au:Er-Experiment

Abbildung 9.1 zeigt den Aufbau des Au:Er-Detektors sowohl in schematischer Form als auch als Photographie. Zentraler Bestandteil des Detektors ist der im letzten Kapitel beschriebene Detektor-Chip, auf dem die beiden mäanderförmigen Detektionsschleifen und der Au:Er-Sensor aufgebracht sind. Dieser Chip ist zusammen mit dem Detektor-SQUID und einer Platine auf einen 35 mm langen und 9 mm breiten Halter aus Messing geklebt. Das SQUID wurde mit dem Spulnlack GE Varnish 7031 auf den Halter geklebt. Die Fixierung der Platine als auch des Detektor-Chips erfolgte hingegen mit dem Epoxidharzkleber Stycast, wobei die Platine mit Stycast 2850 FT und der Detektor-Chip mit Stycast 1260 aufgeklebt wurden. Der Messinghalter kann mit Hilfe des sich am Ende des Halters befindlichen Durchgangsloches mit dem Kryostaten verschraubt werden.



**Abbildung 9.1:** Schematische Darstellung und Photographie des Au:Er-Detektoraufbaus.

Zur Kontaktierung der Heizer- und Feldleitungen dienen 150  $\mu\text{m}$  dicke NbTi/CuNi-Drähte<sup>1</sup>. Diese Drähte sind mit Stycast 2850 FT in ein als Durchführung fungierendes Loch eingeklebt und werden von dort aus in einer Nut auf der Unterseite des Halters vom Experiment weggeführt. Der elektrische Kontakt zwischen dem Chip und den Drähten wird über

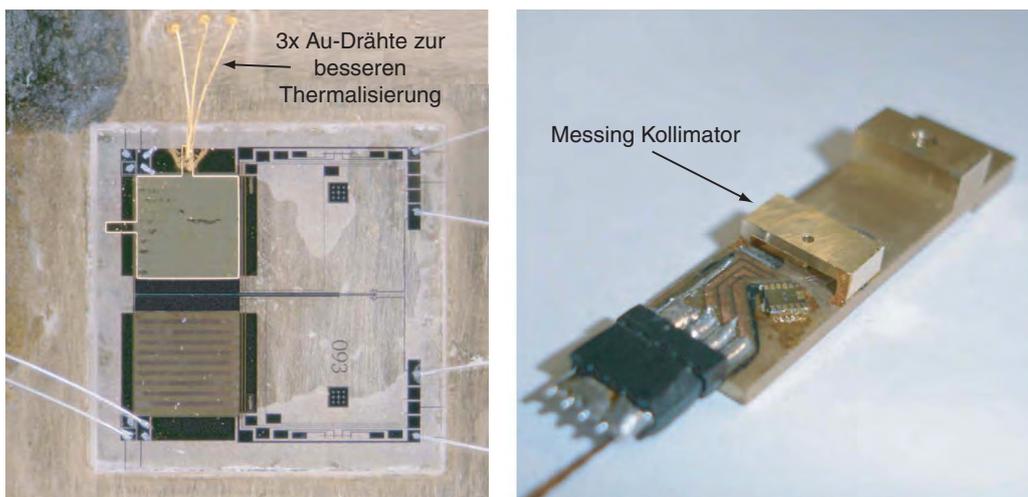
<sup>1</sup>Die Drähte bestehen aus supraleitenden NbTi-Filamenten, die zur Verbesserung der Lötbarkeit in eine CuNi-Matrix eingebettet sind.

25  $\mu\text{m}$  dicke Aluminium-Drähte hergestellt, die mit Ultraschallpulsen auf die Stirnflächen der Drähte und die entsprechenden Bond-Pads des Detektor-Chips geschweißt werden.

Auch im Fall der für den Betrieb des Detektor-SQUIDs notwendigen Zuleitungen werden derartige ultraschall-geschweißte Aluminium-Drähte verwendet, um das SQUID mit den auf der Platine endenden Zuleitungen zu verbinden. Zu den Zuleitungen zählen sowohl die Anschlüsse der Einkoppelspule des Verstärker-SQUIDs als auch die für die Stromversorgung des Detektor-SQUIDs notwendigen Versorgungsleitungen. Das hier nicht gezeigte Verstärker-SQUID befindet sich auf einem separaten Halter, der ebenfalls auf der Experimentierplattform des Kryostaten befestigt ist. Über den auf der gegenüberliegenden Seite der Platine festgelöteten Stecker wird das Verstärker-SQUID inklusive der Stromversorgungsleitungen angeschlossen.

Die Abbildung 9.2 (links) zeigt eine Vergrößerung des auf den Messinghalter aufgeklebten Detektor-Chips. Neben den zur Kontaktierung verwendeten Aluminium-Drähten erkennt man noch drei 25  $\mu\text{m}$  dicke und etwa 2 mm lange Gold-Drähte, die den Messinghalter mit dem Thermalisierungssteg des Au:Er-Sensors verbinden. Ziel dieser Drähte ist es, die Thermalisierungszeiten des Detektors durch eine verbesserte thermische Ankopplung an das Wärmebad zu reduzieren, um so größere Ereignisraten zuzulassen.

Nachdem der Halter demnach auch als Wärmebad fungiert, empfiehlt es sich diesen aus einem Material mit einer großen thermischen Leitfähigkeit  $\kappa$  herzustellen. Bei tiefen Temperaturen bietet sich daher ein Material an, bei dem neben den Phononen auch Elektronen zum Wärmetransport beitragen. Wie die Betrachtungen in Kapitel 5.2 gezeigt haben, führen die thermischen Bewegungen der Elektronen jedoch gleichzeitig zu einem nicht vernachlässigbaren Rauschbeitrag, der proportional mit  $\sqrt{\sigma_{el}}$  anwächst. Messing stellt dabei



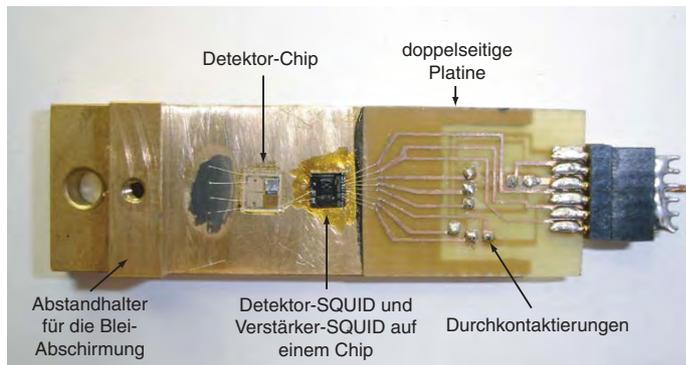
**Abbildung 9.2:** (links): Vergrößerung des Au:Er-Detektor-Chips. Neben den zur elektrischen Kontaktierung des Detektor-Chips verwendeten Aluminium-Drähten, ist der Sensor über 25  $\mu\text{m}$  dicke und etwa 2 mm lange Gold-Drähte mit dem Messing-Halter verbunden. (rechts): Photographie des mit einem Messing-Kollimator versehenen Au:Er-Detektoraufbaus.

einen Kompromiss zwischen Wärmeleitfähigkeit ( $\kappa = 5 \cdot 10^{-4} \text{ W}/(\text{cm} \cdot \text{K})$  bei 50 mK) und Rauschen ( $\sigma_{\text{el}} = 2,3 \cdot 10^7 (\Omega \text{m})^{-1}$  bei  $T = 50 \text{ mK}$ ) dar.

Zur Abschirmung von äußeren Magnetfeldern ist der Halter von einer supraleitenden Blei-Abschirmung umgeben. Der Abstand zwischen der Bleihülle und der Oberfläche des Halters wird durch einen Abstandhalter vorgegeben. Der Abstandhalter ist dabei Teil des Messinghalters und wird durch eine quaderförmige Erhöhung des Halters realisiert. Um ein mögliches Verrutschen der Bleiabschirmung zu verhindern, wird diese mit einer Schraube am Abstandhalter befestigt. Damit die von der Röntgenquelle emittierten Röntgenquanten den Detektor erreichen können, wurde die Bleiabschirmung mit einem kleinen Loch oberhalb der Sensors versehen. Damit die Röntgenquanten nur den Sensor, nicht aber umliegende Bereiche des Detektor-Chips treffen, wurde ein aus Messing bestehender Kollimator über dem Sensor angebracht (vgl. Abbildung 9.2 (rechts)).

### 9.1.2 Ag:Er-Experiment

Abbildung 9.3 zeigt eine Photographie des verwendeten Ag:Er-Aufbaus. Der Ag:Er-Aufbau zeigt viele Gemeinsamkeiten mit dem Au:Er-Aufbau. Daher wird im Folgenden nur auf die Unterschiede eingegangen werden.



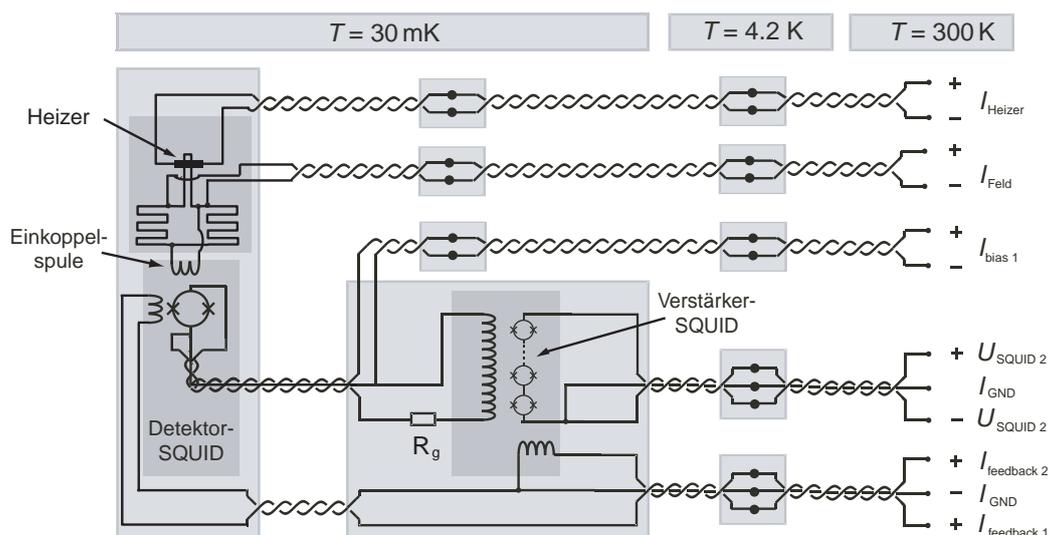
**Abbildung 9.3:** Photographie des Ag:Er-Aufbaus. Das Detektor-SQUID und das Verstärker-SQUID sind auf einem Chip realisiert.

Wie in 6.5 erwähnt wurde, wird im Fall des Ag:Er-Aufbaus ein SQUID-Chip verwendet auf dem sowohl das Detektor-SQUID als auch das Verstärker-SQUID integriert sind. Daher ist im Fall des Ag:Er-Experiments kein zusätzlicher Halter für das Verstärker-SQUID notwendig. Die von Raumtemperatur kommenden Zuleitungen werden daher nicht, wie im Fall des Au:Er-Aufbaus, zunächst auf den Halter mit dem Verstärker-SQUID geführt, sondern enden direkt auf der Platine des hier gezeigten Halters. Dies macht den experimentellen Aufbau deutlich übersichtlicher und platzsparender. Bedingt durch die nun größere Anzahl von Kabeln ist die Platine hier doppelseitig belegt.

Der zweite wesentliche Unterschied liegt darin, dass der aufgeklebte und aus Ag:Er bestehende Sensor nicht wie der Au:Er-Aufbau über zusätzliche Gold-Bonddrähte thermisch an den Messinghalter angekoppelt ist. Stattdessen muss die Wärme vom Sensor über das Saphirsubstrat zum Messinghalter hin abfließen, was sich in Form deutlich längerer Thermalisierungszeiten bemerkbar macht.

## 9.2 Kabelführung und Datenaufnahme

Abbildung 9.4 zeigt die im Kryostaten realisierte Leitungsführung, die für den Betrieb der Detektoren eingesetzt wurde. Pro Detektor verlaufen insgesamt 12 teilweise miteinander verdrehte<sup>2</sup> Kupferdrähte von dem sich bei Zimmertemperatur befindlichen Anschlussstecker für die SQUID-Elektronik zum Heliumbad. An diesem werden die Drähte thermisch angekoppelt. Um die thermische Belastung für die Mischkammer so gering wie möglich zu halten, werden für den restlichen Weg vom Helium-Bad bis zu Mischkammer NbTi/CuNi-Drähte verwendet. Diese sind in diesem Temperaturbereich supraleitend und besitzen eine um mehrere Größenordnungen kleinere Wärmeleitfähigkeit als die Kupferdrähte. Zudem sind die Drähte auf dem Weg zur Mischkammer an mehreren Stellen<sup>3</sup> thermisch angekoppelt. Um die Drähte vor hochfrequenten Störungen abzuschirmen, verlaufen diese in CuNi-Kapillaren. Zur thermischen Ankopplung der Drähte sind die Kapillaren an der jeweiligen Stelle durch kleine Kupferboxen unterbrochen, an denen die Drähte die Kapillaren verlassen und mit dem Spulnlack GE Varnish 7031 direkt auf die Innenseite der Kupferbox geklebt sind.



**Abbildung 9.4:** Schematische Darstellung der Leitungsführung. Neben der Verkabelung der zweistufigen SQUID-Anordnung sind noch die für den Betrieb des Detektors notwendigen Heizer- und Feldleitungen gezeigt. Die Zuleitungen zwischen Raumtemperatur und dem 4,2 K kalten Heliumbad bestehen aus Kupfer und gehen dann an den entsprechenden Lötverbindungen in supraleitende NbTi/CuNi-Drähte über, um die Wärmelast an der Mischkammer zu reduzieren.

Als Ausgangssignal der SQUID-Elektronik dient ein zum magnetischen Fluss proportionales Spannungssignal (vgl. Kapitel 6.4). Die Absorption eines Röntgenquants oder

<sup>2</sup>Durch ein Verdrehen der Drähte lassen sich Streuinduktivitäten verringern und damit das Einkoppeln von äußeren elektromagnetischen Störfeldern reduzieren.

<sup>3</sup>Hier sind der Übersichtlichkeit halber nur die thermischen Ankopplungen auf dem He-Bad und der Mischkammer gezeigt. Die restlichen Ankopplungen für die SQUID-Leitungen sind in Abbildung 7.1 gezeigt und werden dort genauer beschrieben.

eines energiereichen Teilchens im Detektor führt zu einer pulsformigen Spannungsänderung, deren Amplitude ein Maß für die deponierte Energie ist. Das Ausgangssignal der SQUID-Elektronik wird auf zwei Kanäle aufgeteilt, wobei ein Kanal als Trigger für die Datenaufzeichnung dient und der andere Kanal das aufzuzeichnende Signal trägt. Zunächst durchlaufen diese beiden Kanäle jeweils einen rauscharmen Verstärker vom Typ SRS-560<sup>4</sup>. Diese Verstärker verfügen über einen einstellbaren Bandpass und ermöglichen so, die Signale von Langzeitdrifts und hochfrequenten Störungen zu befreien. Für Trigger-signal und Messsignal gelten dabei meist etwas voneinander abweichende Kriterien. Zur Datenaufnahme dient ein mit einer Oszilloskopkarte<sup>5</sup> ausgestatteter Computer. Dazu wird das durch die Filter aufbereitete Messsignal zunächst von der 12-bit-Oszilloskopkarte digitalisiert und anschließend über den PCI-Bus an den Messrechner übermittelt. Die Anzahl der aufgezeichneten Spannungswerte innerhalb eines Zeitfensters beträgt typischerweise 16384. Die Ansteuerung der Oszilloskopkarte erfolgt über ein speziell hierfür entwickeltes Programm, das in [Sch00] ausführlich beschrieben wird. Die Lage des Zeitfenster wurde derart gewählt, dass der Zeitpunkt des Triggers nach etwa 1/4 des Zeitfensters auftritt. Neben den durch eine Energiedeposition hervorgerufenen pulsformigen Spannungsänderungen werden während der Messung auch Zeitfenster aufgenommen in denen der Trigger nicht ausgelöst wurde. Diese sogenannten Ruhesignale dienen später einer Analyse des im elektronischen Signal des Detektors enthaltenen Rauschens.

Um den so aufgenommenen Signalen jeweils eine Energie zuzuweisen, wurde der in [Fle98] beschriebene  $\chi^2$ -Algorithmus verwendet. Diese Methode basiert dabei auf der Annahme, dass sich die zu unterschiedlichen Energien gehörigen Detektorsignale durch eine Streckung in  $y$ -Richtung ineinander überführen lassen. Ausgehend von einem Referenzsignal  $r(t)$ , welches man beispielsweise durch eine Mittelung mehrerer Einzelpulse erhält, ordnet der Algorithmus jedem Einzelsignal  $s(t)$  diejenige Energie  $E$  und den Offset<sup>6</sup>  $E_0$  zu, die zu einer Minimierung der Summe der quadratischen Abweichungen  $\chi^2 = \sum_i (s(t_i) - Er(t_i) + E_0)^2$  führen. Dabei bezeichnet  $t_i$  diejenigen Zeitpunkte, zu denen das Detektorsignal innerhalb des aufgenommenen Zeitfensters digitalisiert wurde. Auf diese Weise ergibt sich für die einem Signal zugeordnete Energie der Ausdruck:

$$E = \frac{\langle sr \rangle - \langle s \rangle \langle r \rangle}{\langle r^2 \rangle - \langle r \rangle^2}. \quad (9.1)$$

Hierbei entspricht  $\langle \dots \rangle$  dem Mittelwert der entsprechenden Größe in dem betrachteten Zeitfenster.

<sup>4</sup>Stanford Research Systems, Sunnyvale, Ca, USA

<sup>5</sup>CompuScope SAC-8012A/PCI, Gage, Montreal, Kanada.

<sup>6</sup>Durch niederfrequente Störungen kann dem Signal ein konstanter Fluss überlagert sein, der zu einer Verschiebung des Signals in  $y$ -Richtung führt.

## 9.3 Röntgenquellen

### 9.3.1 $^{55}\text{Fe}$ -Röntgenquelle zur Charakterisierung des Au:Er-Aufbaus

Für die Charakterisierung des Au:Er-Detektors wurde eine gekapselte  $^{55}\text{Fe}$ -Röntgenquelle verwendet, deren Spektrum genau bekannt ist und mehrfach mit Kristallspektrometern vermessen wurde (vgl. hierzu z.B. [Höl97]). Hierbei zerfällt das Isotop  $^{55}\text{Fe}$  über einen Elektronen-Einfang-Prozess mit einer Halbwertszeit von 2,73 Jahren in das Isotop  $^{55}\text{Mn}$ . In etwa 90 % der Fälle stammt das eingefangene Elektron dabei aus der K-Schale. Das so entstandene Loch wird von Elektronen aus höher liegenden Schalen gefüllt, wobei die dabei freiwerdende Energie in Form von Röntgenquanten emittiert wird. Je nachdem aus welcher Schale das Elektron stammt ergeben sich entsprechend der Energiedifferenz zwischen den Schalen unterschiedliche Energien für die emittierten Röntgenquanten. Das Spektrum der Röntgenquelle setzt sich folglich aus einer Reihe charakteristischer Linienspektren zusammen.

Jeder dieser Übergänge wird noch von einer Kaskade weiterer Übergänge gefolgt, wobei das unmittelbar zuvor erzeugte Loch von einem Elektron aus einer höher liegenden Schale aufgefüllt wird. Die dabei frei werdende Energie nimmt dabei sukzessive ab und der Auger-Effekt gewinnt gegenüber der Emission von Photonen zunehmend an Bedeutung. Diese vergleichsweise niederenergetischen Röntgenquanten als auch die emittierten Auger-Elektronen werden von einer Kapselung der Quelle nahezu vollständig absorbiert und sind im Experiment daher nicht beobachtbar.

Die für uns relevanten Linien sind die sogenannte  $K_\alpha$ -Linie und die  $K_\beta$ -Linie, die sich selbst noch einmal aus mehreren Linien zusammensetzen. Diese können mit dem hier diskutierten Detektor jedoch nicht aufgelöst werden. Die  $K_\alpha$ -Linie besitzt dabei die größte Intensität, hat eine Energie von 5,895 keV und entspricht dem Übergang eines Elektrons von der L-Schale auf die K-Schale. Der Übergang von der M-Schale auf die K-Schale entspricht der  $K_\beta$ -Linie, hat eine Energie von 6,490 keV und besitzt eine etwa 9-mal geringere Wahrscheinlichkeit.

### 9.3.2 Fluoreszenzquelle zur Charakterisierung des Ag:Er-Aufbaus

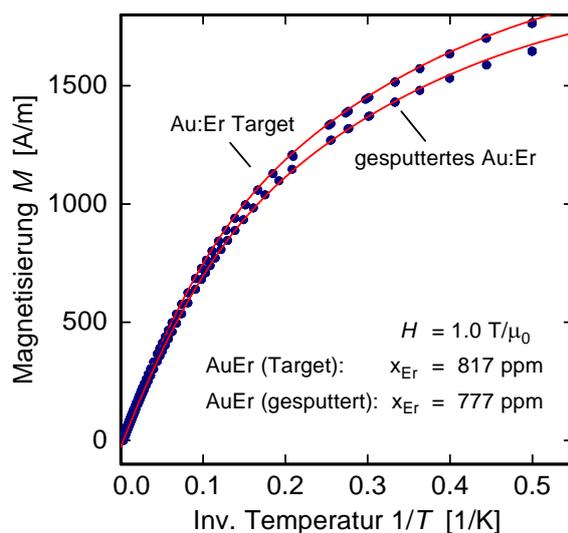
Zur Charakterisierung des Ag:Er-Detektors wurde eine Röntgenfluoreszenzquelle verwendet, die am Laboratoire National Henry Becquerel in Saclay hergestellt wurde. Die Fluoreszenzquelle besteht aus einer  $^{55}\text{Fe}$ -Quelle, die ein aus mehreren Materialien bestehendes Fluoreszenztarget zur Emission von Fluoreszenz-Röntgenquanten anregt. Eine Übersicht der für uns relevanten Linien und deren Energien ist in Tabelle 10.1 gegeben. Es existieren Linien für Aluminium, Schwefel, Kalzium und Mangan. Ein wesentlicher Vorteil dieser Quelle ist die Tatsache, dass die Vielzahl der im Energiebereich zwischen 1,49 keV und 6,49 keV auftretender Linien eine gezielte Untersuchung der Linearität des Detektors erlaubt (vgl. hierzu Kapitel 10.2.3).

## 10. Experimentelle Ergebnisse

### 10.1 Au:Er-Aufbau

#### 10.1.1 Magnetisierung des Sensormaterials Au:Er

Wie bereits im Zusammenhang mit der Herstellung der Au:Er-Sensoren erwähnt wurde, hängt die Qualität der Au:Er-Sensoren maßgeblich von dem verwendeten Beschichtungsverfahren und den dabei verwendeten Prozessparametern ab. Neben der zuverlässigen Strukturierbarkeit der Filme, sollten die Filme dabei nach Möglichkeit die gleichen thermodynamischen Eigenschaften aufweisen wie das Vollmaterial Au:Er. Eine Charakterisierung der Qualität hinsichtlich der Wärmekapazität und der Magnetisierung der gesputterten Filme war daher im Rahmen dieser Arbeit von zentralem Interesse.



**Abbildung 10.1:** Gemessene Magnetisierung einer Probe des zur Herstellung der Au:Er-Sensoren verwendeten Sputter-Targets und einer hiermit gesputterten Au:Er-Folie.

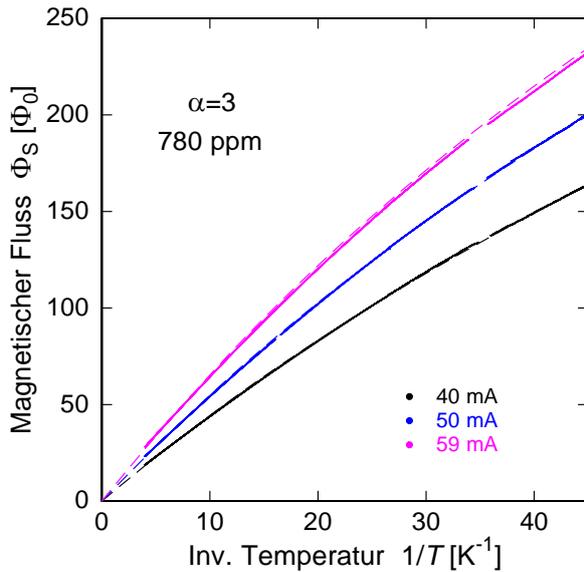
Zur Charakterisierung der Filme wurde zunächst die Magnetisierung einer kleinen Probe, des zum Aufbringen der Sensoren verwendeten Sputter-Targets, vermessen. Die in Abbildung 10.1 gezeigte Messung erfolgte dabei in einem kommerziell erhältlichen SQUID-Magnetometer<sup>1</sup> im Temperaturbereich zwischen 2 K und 330 K bei einem äußeren Magnetfeld der Stärke 1 T. Ziel der Messung war es die Erbium-Konzentration des verwendeten Sputter-Targets genau zu bestimmen. Hierzu wurde eine theoretische Kurve im Bereich zwischen 60 K und 330 K an die Daten angepasst. Diese ist neben den Daten als durchgezogene Kurve eingezeichnet und setzt sich aus dem temperaturunabhängigen diamagnetischen Verhalten des Wirtsmaterials Gold und dem temperaturabhängigen paramagnetischen Verhalten der eingebrachten Erbium-Ionen zusammen. Das theoretisch erwartete

<sup>1</sup>Das SQUID-Magnetometer vom Typ MPMS XL wird von der Firma Quantum Design (USA) hergestellt und vertrieben.

te paramagnetische Verhalten kann dabei mit den in [Hah92] angegebenen Kristallfeld-Parametern und dem in [Lea62], [Ebi63] und [Fle00] diskutierten Formalismus abgeleitet werden, indem man in geeigneter Weise über die Probe mittelt und so dem polykristallinen Charakter der Probe Rechnung trägt. Die Anpassung der theoretischen Kurve an die Daten erfolgt durch Variation der Erbium-Konzentration  $x$ . Man erhält dabei für die Konzentration der Erbium-Ionen im Sputtertarget einen Wert von  $x = 817$  ppm.

Neben der zuvor beschriebenen Messung zeigt Abbildung 10.1 noch die Magnetisierungsmessung einer gesputterten Au:Er-Folie. Die Au:Er-Folie wurde dabei mit den gleichen Prozessparametern gesputtert, wie die später diskutierten Sensoren. Der Bereich, in dem die Theorie-Kurve an die Daten angepaßt wurde, lag auch hier zwischen 60 K und 330 K. Die so angepaßte Theoriekurve stimmt bis zu einer Temperatur von 2 K gut mit den Daten überein. Dies lässt vermuten, dass die Mehrheit der Erbium-Ionen reguläre Gitterplätze des Wirtsmaterials Gold besetzt. Der hierbei ermittelte Wert für die magnetische Suszeptibilität von Gold lag bei  $\chi_{\text{exp}} = 3,46 \cdot 10^{-5}$  und stimmt somit sehr gut mit dem in Abschnitt 3.1 angegebenen Literaturwert überein. Die an die Daten angepaßte theoretische Kurve entspricht einer Konzentration von  $x = 777$  ppm und weicht damit nur geringfügig von der Ausgangskonzentration des Sputter-Targets ab. Grund hierfür könnten zum einen Inhomogenitäten innerhalb des Sputter-Targets sein. Dies wird durch die Tatsache unterstützt, dass bei Messungen an Resten aus der Schmelze, aus der das Sputter-Target gefertigt wurde, eine Konzentration von  $x = 730$  ppm beobachtet wurde. Nachdem die Probe des Sputtertargets von der Rückseite des Targets stammte, könnte die Konzentration auf der Vorderseite des Targets durchaus abweichen und so eine niedrigere Konzentration der gesputterten Filme erklären. Neben dieser Erklärung sind auch Verunreinigungen des Prozessgases denkbar. Insbesondere Sauerstoff könnte hierbei zu einem Oxidieren geringer Erbium-Mengen führen, die dann nicht mehr oder nur noch in geringerem Maße zur Magnetisierung beitragen und so die scheinbare Konzentration reduzieren. Dieser Erklärungsansatz wird durch die Tatsache unterstützt, dass erst die Erhöhung der Reinheit des Prozessgases dazu führte, dass die thermodynamischen Eigenschaften der aufgesputterten Filme nun fast vollständig mit den Eigenschaften von Vollmaterial übereinstimmen.

Um die aufgesputterten Au:Er-Filme auch in dem für den Detektor typischen Temperaturbereich zu charakterisieren, wurde die Magnetisierung mit Hilfe des im vorigen Kapitel vorgestellten Detektors für den darauf aufgebrauchten Au:Er-Sensor in Abhängigkeit von der Temperatur gemessen. Die Inhomogenität des Magnetfeldes führt jedoch dazu, dass auch die Magnetisierung bei fester Temperatur eine ortsabhängige Größe ist, deren Temperaturverlauf daher experimentell nicht direkt bestimmt werden kann. Stattdessen wird die Flussänderung im SQUID gemessen, die durch die Veränderung der Magnetisierung mit der Temperatur hervorgerufen wird. Trotz dieser Tatsache wird die so gemessene Flussänderung im Detektor-SQUID im weiteren Verlauf als 'Magnetisierungssignal' bezeichnet. Die Berechnung des zu erwartenden Magnetisierungssignals erfolgt analog zur Berechnung des Detektorsignals (siehe Ausdruck 4.7) mit Hilfe der Häufigkeitsverteilung  $P(B)dB$  der im Sensorbereich auftretenden Magnetfelder.



**Abbildung 10.2:** Temperaturabhängigkeit des experimentell und theoretisch ermittelten magnetischen Flusses im Detektor-SQUID für drei unterschiedliche Feldströme. Das Sputter-Target, das zum Aufbringen des  $3,5 \mu\text{m}$  dicken Au:Er-Sensor verwendet wurde, besaß eine natürliche Erbium-Isotopenzusammensetzung. Die Theorie ist in Form gestrichelter Linien eingezeichnet.

Abbildung 10.2 zeigt die so gemessene Temperaturabhängigkeit der Magnetisierung, des auf einem Mäander aufgetragenen Au:Er-Sensors, in Einheiten des magnetischen Flusses. Zur Erzeugung des Magnetfeldes im Volumen des Sensors wurden mit Hilfe des Dauerstromschalters drei unterschiedliche Feldströme  $I_0$  von 40 mA, 50 mA und 59 mA in dem aus den beiden Mäandern bestehenden Stromkreis präpariert. Diese entsprechen den mittleren Magnetfeldern 2,05 mT, 2,56 mT bzw. 3,02 mT innerhalb des Sensors.

Die in der Abbildung neben den Daten in Form gestrichelter Linien dargestellten Kurven entsprechen den erwarteten, mit Hilfe numerischer Berechnungen bestimmten theoretischen Verläufen der Magnetisierung. Nachdem die zuvor betrachtete Au:Er-Folie mit den gleichen Prozessparametern gesputtert wurde wie der hier betrachtete Sensor, sollten beide die gleiche Konzentration aufweisen. Bei der Berechnung der theoretischen Kurven wurde hier deshalb von einer Konzentration von 780 ppm ausgegangen. Das Sputter-Target, das zum Aufbringen der Au:Er-Filme zur Verfügung stand, besaß eine natürliche Erbium-Isotopenzusammensetzung. Daher wurde die Hyperfeinwechselwirkung, der mit 22,9 % verhältnismäßig häufig vorkommenden  $^{167}\text{Er}$ -Ionen in die Rechnung mit einbezogen. Die Wechselwirkung zwischen den Er-Ionen wurde beim  $^{167}\text{Er}$ -Anteil in Form der Molekularfeldnäherung aus Abschnitt 3.4.2 berücksichtigt. Die Induktivität der Aluminium-Bonddrähte über die die Einkoppelspule des SQUIDs mit den beiden mäanderförmigen Detektionsspulen verbunden ist, kann nur schwer abgeschätzt werden. Für die simulierten Daten wurde hier von einer Induktivität von etwa  $L_w = 5,9 \text{ nH}$  ausgegangen.

Die Betrachtungen in Kapitel 3.4.2 haben gezeigt, dass die dort für das Vollmaterial Au:Er gezeigten Daten am besten mit einem Wechselwirkungsparameter von  $\alpha = 5$  beschrieben werden können. Im Gegensatz dazu erhält man die beste Übereinstimmung zwischen der theoretischen Beschreibung und der hier für die gesputterten Sensoren erhaltenen Daten für einen Wechselwirkungsparameter von  $\alpha = 3$ . Zum einen wurde in Kapitel 3.4.2 darauf hingewiesen, dass die dort gezeigten Daten für das Vollmaterial Au:Er innerhalb der

Messgenauigkeit durchaus auch mit Werten zwischen  $\alpha = 3,5$  und  $\alpha = 5$  verträglich sind. Zum anderen besitzt ein aufgesputterter Film im Gegensatz zum Vollmaterial eine in der Regel eher polykristalline Struktur mit einer Vielzahl von Korngrenzen und Defekten. Diese Defekte und Korngrenzen sind Streuzentren für Leitungselektronen und da die indirekte Austauschwechselwirkung zwischen den Erbium-Ionen auf der Polarisierung der Leitungselektronen beruht, könnte dies zu einer Unterdrückung der RKKY-Wechselwirkung und somit zu einem kleineren Wechselwirkungsparameter führen.

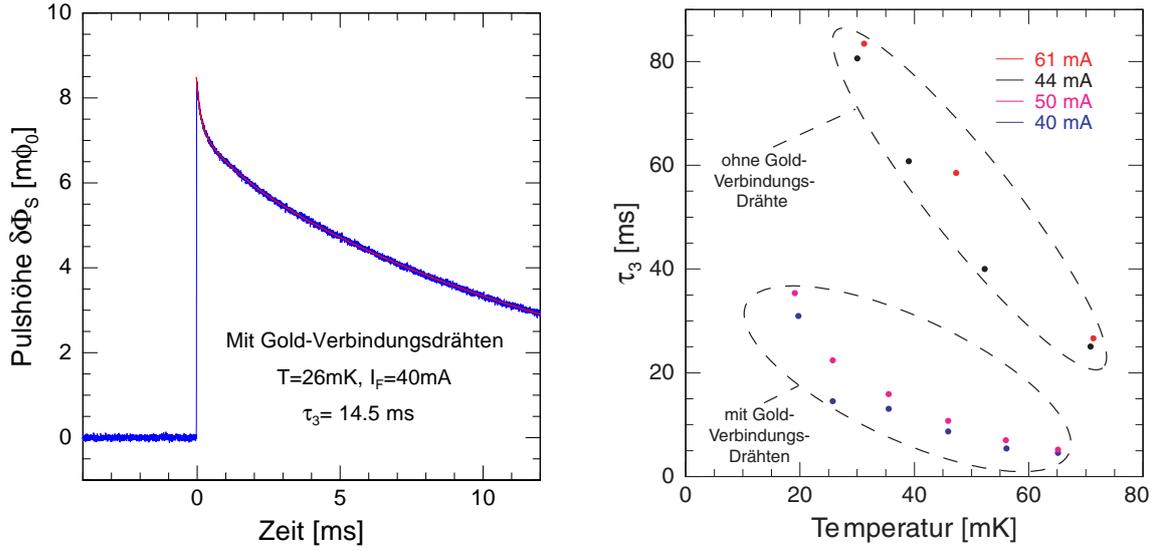
Die gemessenen Daten zeigen im gemessenen Temperaturbereich zwischen etwa 250 mK und 22 mK eine sehr gute Übereinstimmung mit den theoretisch berechneten Kurven. Damit konnten erstmals Au:Er-Sensoren zuverlässig mikrostrukturiert werden, bei denen die Magnetisierung von Raumtemperatur bis hinunter zu einer Temperatur von 22 mK die gleiche Temperaturabhängigkeit aufweist, wie die Magnetisierung des Vollmaterials Au:Er. Lediglich die RKKY-Wechselwirkung fällt dabei etwas schwächer aus.

### 10.1.2 Eigenschaften des Detektorsignals

#### Signalform und Thermalisierungsverhalten des Au:Er-Aufbaus

Im Rahmen dieser Arbeit wurden unter anderem zwei jeweils mit einem Au:Er-Sensor bestückte Detektoren aufgebaut, die sich im Wesentlichen dadurch unterschieden, dass der Au:Er-Sensor in einen Fall zur besseren Thermalisierung über Gold-Drähte mit dem als Wärmebad fungierenden Messinghalter verbunden war, während der andere in [Bur07] diskutierte Detektor über diese zusätzliche Thermalisierungshilfe nicht verfügte. Abbildung 10.3 (links) zeigt den typischen zeitlichen Verlauf des Detektorsignals, des mit Gold-Drähten zusätzlich ans Wärmebad angekoppelten Detektors, bei der Absorption eines Röntgenquants mit einer Energie von 5,9 keV. Die Temperatur des Detektors betrug 26 mK und der in der Mäanderstruktur eingeprägte Dauerstrom hatte einen Wert von 40 mA. Für den gezeigten zeitlichen Verlauf wurde über mehrere hundert Einzelpulse gemittelt.

Wir betrachten zunächst den Signalanstieg. In [Ens00] wurde die Vielzahl der Prozesse, die bei der Umwandlung der deponierten Energie in thermische Anregungen involviert sind, eingehend diskutiert. Zusammenfassend könnte man sich dieses Thermalisieren wie folgt vorstellen: Wird ein Röntgenquant absorbiert, so wird dabei in den meisten Fällen ein hochenergetisches Elektron über den Photoeffekt generiert, wobei dieses seine Energie durch sich anschließende Elektron-Elektron-Streuprozesse in nur kurzer Zeit sukzessive an weitere Elektronen abgibt. Wird dadurch eine mittlere Energie von etwa 0,1 eV erreicht, so wird der Energieverlust der athermischen Elektronen maßgeblich durch die Anregung athermischer Phononen bestimmt. Aufgrund der Tatsache, dass die spezifische Wärme der Elektronen bei Temperaturen unterhalb von 1 K deutlich größer als die der Phononen ist, geben die athermischen Phononen einen Großteil ihrer Energie im weiteren Verlauf der Thermalisierung wieder an das System der Elektronen ab. Zu diesem Zeitpunkt ist die absorbierte Energie auf einen Volumenbereich von wenigen Mikrometern verteilt. Nachdem



**Abbildung 10.3:** (links): Pulsantwort des über Gold-Drähte zusätzlich ans Wärmebad angekoppelten Detektors bei der Absorption eines Röntgenquants mit einer Energie von 5,9 keV. Die Temperatur betrug 26 mK und der Feldstrom hatte einen Wert von 40 mA. (rechts): Temperaturabhängigkeit der Thermalisierungszeit  $\tau_3$  für unterschiedliche Feldströme. Neben den Thermalisierungszeiten für den Detektor mit den Thermalisierungsverbindungen sind zum Vergleich auch die Thermalisierungszeiten für den Detektor ohne zusätzliche Thermalisierungsverbindungen gezeigt.

sich die einzelnen Systeme lokal nahezu im Gleichgewicht befinden, erfolgt die weitere räumliche Ausbreitung der Energie diffusiv. Defekte und Verunreinigungen wirken sich dabei nachteilig auf die durch die Diffusionskonstante  $D$  beschriebene Ausbreitungsgeschwindigkeit aus. Gleichzeitig mit dieser Wärmeausbreitung thermalisiert das System der Elektronen mit den magnetischen Momenten, wobei die Relaxationszeit, mit der die magnetischen Momente auf die Temperaturerhöhung des Elektronensystems reagieren, vorallem durch die Korringa-Relation  $\tau T = \kappa$  beschrieben wird. Die Korringa-Konstante von Au:Er wurde in ESR-Messungen [Sjö75] zu  $\kappa = 7 \cdot 10^{-9}$  Ks bestimmt. Hiermit ergibt sich bei einer Temperatur von 50 mK eine Korringa-Relaxationszeit von  $0,15 \mu\text{s}$ , die mit der Signalanstiegszeit übereinstimmen würde, wenn die Wärmekapazität der magnetischen Momente gegenüber der Wärmekapazität der Elektronen vernachlässigbar wäre, d.h. im Fall extrem verdünnter Legierungen. Ist die Spin-Wärmekapazität vergleichbar oder größer, so reduziert sich die effektive Relaxationszeit auf  $\tau_0 = \tau_K C_e / (C_e + C_z)$ . Die derzeit kürzeste in magnetischen Kalorimetern beobachtete Signalanstiegszeit liegt bei  $\tau_0 \simeq 70$  ns [Rot08]. Im Gegensatz hierzu wurde die Signalanstiegszeit des in Abbildung 10.3 (links) gezeigten Pulses durch das gewählte Verstärkungs-Bandbreite-Produkt der Rückkoppel-elektronik limitiert und ist mit  $2,7 \mu\text{s}$  deutlich länger.

Nach dem schnellen Signalanstieg durchläuft das Detektorsignal zunächst ein Maximum und fällt dann wieder ab. Der Signalabfall kann hierbei durch eine Funktion beschrieben

werden, die sich aus drei Exponentialfunktionen

$$\Phi(t) = \Phi_1 \cdot e^{-\frac{t}{\tau_1}} + \Phi_2 \cdot e^{-\frac{t}{\tau_2}} + \Phi_3 \cdot e^{-\frac{t}{\tau_3}}. \quad (10.1)$$

mit den Zeitkonstanten  $\tau_1$ ,  $\tau_2$  und  $\tau_3$  und den Amplituden  $\Phi_1$ ,  $\Phi_2$  und  $\Phi_3$  zusammensetzt. Im Folgenden werden wir auf die Bedeutung der einzelnen Zeitkonstanten und deren Verhalten eingehen.

In einem ersten Schritt fließt die im Detektor deponierte Energie vom System der Leitungselektronen und Er-Ionen in das in Kapitel 3.5 diskutierte System der Kernquadrupolmomente von Gold. Die Zeitkonstante  $\tau_1$ , die diesen ersten Relaxationsprozess beschreibt, beträgt etwa  $180 \mu\text{s}$  und zeigt im hier untersuchten Temperaturbereich zwischen  $19 \text{ mK}$  und  $65 \text{ mK}$ , keine systematische Temperaturabhängigkeit. Dieser sich in Abbildung 10.3 (links) als 'Spitze' im Signal äußernde Anteil nimmt jedoch mit wachsender Temperatur schnell ab und ist bereits bei einer Temperatur von  $46 \text{ mK}$  kaum mehr sichtbar, so dass eine Bestimmung von  $\tau_1$  mit wachsender Temperatur zunehmend schwieriger wird. Dieses hier beschriebene Verhalten deckt sich mit Beobachtungen früherer Arbeiten. Die in [Gör01] gefundene Magnetfeldabhängigkeit konnte nicht nachgewiesen werden, da die den Feldströmen von  $40 \text{ mA}$  und  $50 \text{ mA}$  entsprechenden mittleren Magnetfelder mit  $2,05 \text{ mT}$  und  $2,56 \text{ mT}$  zu nahe beieinander lagen, als dass die Genauigkeit, mit der die erste Zeitkonstante bestimmt werden konnte, hier einen Trend hätte erkennen lassen können.

Die Zeitkonstante  $\tau_2$  zeigt im Rahmen der Genauigkeit, mit der diese bestimmt werden kann, in dem hier betrachteten Temperatur- und Magnetfeldbereich keine Temperatur- und Magnetfeldabhängigkeit. Sie nimmt dabei Werte von etwa  $1,8 \text{ ms}$  an. Mit großer Wahrscheinlichkeit ist der auf dem Kernquadrupolmoment von Gold basierende Relaxationsprozess nicht durch nur eine Exponentialfunktion mit einer festen Thermalisierungszeit beschreibbar. Es ist vielmehr davon auszugehen, dass der Signalabfall durch eine Überlagerung einer Vielzahl von Exponentialfunktionen beschrieben werden muss. Die Thermalisierungszeit  $\tau_2$  ist vermutlich ein Resultat des Versuchs diesen Abfall durch zwei Exponentialfunktionen zu beschreiben. Unterstützt wird diese Interpretation zum einen dadurch, dass diese vermeintliche zweite Relaxationszeit auch in anderen mit einem  $\text{Au:Er}$ -Sensor bestückten Detektoren beobachtet wird. Zum anderen nimmt der Anteil von  $\Phi_2$  in gleichem Maße mit größer werdender Temperatur ab, wie die Amplitude  $\Phi_1$ . Bei  $26 \text{ mK}$  machen sowohl  $\Phi_1$  als auch  $\Phi_2$  jeweils  $14 \%$  des Gesamtsignals aus.

Der durch die Zeitkonstante  $\tau_3$  beschriebene Relaxationsprozess spiegelt die Thermalisierung des Sensors mit dem Wärmebad wieder. Die Zeitkonstante  $\tau_3$  hängt dabei von der Wärmeleitfähigkeit  $G$  zwischen dem Wärmebad und dem Sensor und der Gesamtwärmekapazität  $C$  des Detektors ab. Näherungsweise gilt hier der Zusammenhang  $\tau_3 \simeq C/G$ . Für den Sensor, der über keine zusätzlichen metallischen Thermalisierungsverbindungen mit dem Wärmebad verfügt, wird die Wärmeleitfähigkeit durch den Grenzflächenwiderstand zwischen Sensor und Saphirsubstrat, der Wärmeleitfähigkeit des Saphirsubstrats, als auch der Wärmeleitfähigkeit der Klebeschicht zwischen Substrat und Messinghalter bestimmt. Frühere Messungen [Bur07, Kem07] hatten gezeigt, dass die hiermit erreichba-

ren Thermalisierungszeiten für die angestrebten Raten von 100-1000 Teilchen/s deutlich zu langsam waren. Um die thermische Ankopplung des Detektors an das Wärmebad zu verbessern, wurde der Sensor daher über drei  $25\ \mu\text{m}$  dicke Gold-Drähte metallisch an den als Wärmebad fungierenden Messinghalter angekoppelt. Abbildung 10.3 (rechts) zeigt die sich für diese beiden Anordnungen ergebenden Thermalisierungszeiten  $\tau_3$  in Abhängigkeit von der Temperatur für jeweils zwei unterschiedliche im Mäander präparierte Feldstrome. Nahezu unabhängig vom Feldstrom nimmt die Zeitkonstante  $\tau_3$  für beide Anordnungen zu größeren Temperaturen hin ab, da die Wärmeleitfähigkeit zwischen Sensor und Wärmebad in beiden Fällen mit zunehmender Temperatur größer wird, während die Wärmekapazität des Sensors gleichzeitig abnimmt. Es wird ferner deutlich, dass  $\tau_3$  mit zunehmendem Feldstrom und damit mit zunehmendem mittlerem Magnetfeld innerhalb des Sensors geringfügig zunimmt. Grund hierfür ist die Tatsache, dass die Wärmeleitfähigkeit bei konstanter Temperatur magnetfeldunabhängig ist, während die Wärmekapazität mit größer werdendem Magnetfeld zunimmt. Vergleicht man nun die sich für die beiden Anordnungen ergebenden Werte für  $\tau_3$ , so wird deutlich, dass die Thermalisierungszeiten durch die zusätzliche thermische Ankopplung um mehr als einen Faktor 4 reduziert werden konnten.

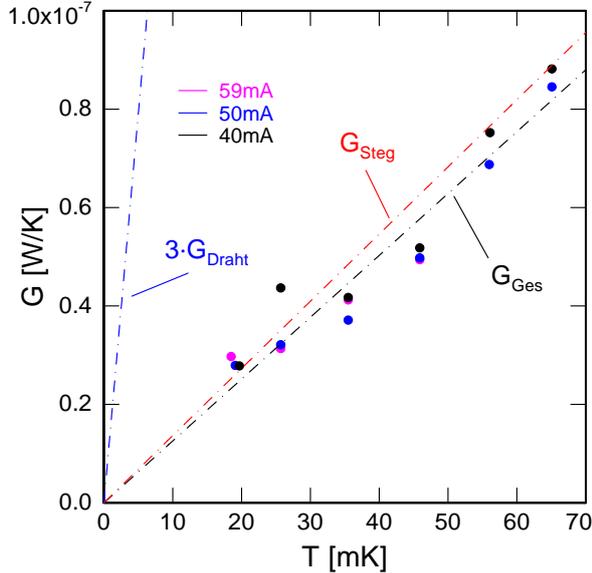
Wir betrachten nun die Wärmeleitfähigkeit zwischen Sensor und Wärmebad etwas näher. Wir beschränken uns hierbei auf den Detektor, der über die Gold-Drähte zusätzlich thermisch mit dem Wärmebad verbunden wurde. In diesem Fall kann bei der theoretischen Berechnung in guter Näherung davon ausgegangen werden, dass die phononische Wärmeleitfähigkeit zwischen Sensor und Wärmebad gegenüber der elektrischen vernachlässigt werden kann.

Die Gesamtwärmeleitfähigkeit zwischen Sensor und Wärmebad kann bei bekanntem Energieeintrag  $\delta E$  aus dem zeitlichen Verlauf des im SQUID experimentell nachgewiesenen Detektorsignals  $\delta\Phi_S(t)$  berechnet werden:

$$G_{\text{ges}} = \frac{\delta E}{\int \delta T(t) dt} = \frac{\delta E}{\int \delta\Phi_S(t) dt / \frac{dT}{d\Phi_S}}. \quad (10.2)$$

Hierbei entspricht  $\delta T(t)$  dem zeitlichen Verlauf der Temperaturänderung des Sensors. Zur Herleitung dieses Ausdrucks geht man davon aus, dass die Energie keine Möglichkeit besitzt am System der Spins vorbei in das Wärmebad zu fließen. Das heißt aber, dass die gesamte durch ein Röntgenquant im Detektor deponierte Energie das System der Spins passiert, wenn nur ausreichend lange gewartet wird. Die maximale Temperaturänderung, die durch ein Röntgenquant mit einer Energie von  $5,9\ \text{keV}$  im Sensor hervorgerufen wird, liegt aufgrund der vergleichsweise großen Wärmekapazität des Detektors im Bereich von etwa  $1\ \mu\text{K}$ . Daher konnte ferner davon ausgegangen werden, dass sich die Wärmeleitfähigkeit über den zeitlichen Verlauf der durch den Energieeintrag hervorgerufenen Temperaturänderung des Sensors nicht ändert. Die pro Zeiteinheit vom Spinsystem in das Wärmebad fließende Energie  $\dot{Q}(t)$  wird durch die Temperaturdifferenz  $\delta T(t)$  zwischen beiden Systemen bestimmt. Mit der Wärmeleitfähigkeit  $G$  zwischen den beiden Systemen wird dies durch den Zusammenhang  $\dot{Q}(t) = G \cdot \delta T(t)$  beschrieben. Zusammen mit den zuvor genannten Annahmen ergibt sich aus dieser Beziehung gerade der Ausdruck 10.2.

Abbildung 10.4 zeigt die so ermittelte Wärmeleitfähigkeit in Abhängigkeit von der Temperatur für drei unterschiedliche Feldströme von 40 mA, 50 mA und 59 mA. Wie zu erwarten war zeigt die Wärmeleitfähigkeit keine systematische Magnetfeldabhängigkeit.



**Abbildung 10.4:** Temperaturabhängigkeit der experimentell ermittelten Wärmeleitfähigkeit zwischen Sensor und Wärmebad. Neben den experimentellen Daten sind die nach dem Wiedemann-Franz-Gesetz erwarteten Temperaturverläufe der Wärmeleitfähigkeit für den aus Au:Er bestehenden Thermalisierungssteg (rot), die drei parallel zueinander angeordneten Gold-Drähte (blau) und die Serienschaltung dieser beiden Komponenten (schwarz) in Form gestrichelter Linien eingezeichnet.

Nachdem die im Sensor deponierte Energie zunächst den in Kapitel 9.1.1 beschriebenen Thermalisierungssteg passieren muss, bevor die Wärme über die drei parallel zueinander angeordneten Gold-Drähte zum Wärmebad hin abfließen kann, ergibt sich für die Wärmeleitfähigkeit  $G$  dieser Anordnung der folgende Ausdruck:

$$\frac{1}{G} = \frac{1}{G_{\text{Steg}}} + \frac{1}{3 \cdot G_{\text{Draht}}}. \quad (10.3)$$

Dabei entspricht  $G_{\text{Draht}}$  der Wärmeleitfähigkeit eines Gold-Drahtes, während  $G_{\text{Steg}}$  die Wärmeleitfähigkeit des Thermalisierungsstegs bezeichnet. In Abbildung 10.4 sind neben den experimentellen Daten noch die nach dem Wiedemann-Franz-Gesetz erwarteten Temperaturverläufe von  $3 \cdot G_{\text{Draht}}$ ,  $G_{\text{Steg}}$  und  $G$  in Form gestrichelter Linien eingezeichnet. Bei der Berechnung der Wärmeleitfähigkeit der Gold-Drähte wurde dabei von drei parallel zueinander angeordneten 2 mm langen Gold-Drähten mit einem Durchmesser von  $25 \mu\text{m}$  und einem spezifischen elektrischen Widerstand von  $\rho = 1,14 \cdot 10^{-9} \Omega\text{m}$  und einer Lorentz-Zahl für Gold von  $L = 2,45 \cdot 10^{-8} \text{V}^2/\text{K}^2$  ausgegangen. Der Thermalisierungssteg wurde in der gleichen Lage wie der Au:Er-Sensor strukturiert und stellt eine  $300 \mu\text{m}$  lange und  $100 \mu\text{m}$  breite rechteckige Ausstülpung des Sensors dar. Er besitzt daher die gleiche Dicke von  $3,5 \mu\text{m}$  wie der Sensor. Um einen sicheren Halt der Gold-Drähte auf dem Thermalisierungssteg zu gewährleisten, wurden die Drähte nicht am äußersten Ende der Thermalisierungsstruktur, sondern etwas weiter zum Sensor hin, durch Ultraschallpulse mit dem Thermalisierungssteg verschweißt. Bei der Berechnung der Wärmeleitfähigkeit für

<sup>2</sup>Dieser Wert wurde über eine Vier-Draht Messung in flüssigem Helium bei einer Temperatur von  $4,2 \text{K}$  gemessen. Nachdem der spezifische Widerstand zu tiefen Temperaturen hin in ein Plateau übergeht, kann dieser Wert auch für tiefere Temperaturen verwendet werden.

den Thermalisierungssteg wurde daher statt von  $300\ \mu\text{m}$  von einer effektiven Länge von  $200\ \mu\text{m}$  ausgegangen. Zusammen mit dem Restwiderstandsverhältnis der aufgesputterten Au:Er-Filme von  $RRR = 1,7$  ergibt sich mit der Matthiesen-Regel<sup>3</sup> und dem Wiedemann-Franz-Gesetz die in Abbildung 10.4 in Form einer rot gestrichelten Gerade eingezeichnete Wärmeleitfähigkeit. Ein Vergleich der Wärmeleitfähigkeiten der Gold-Drähte und des Thermalisierungsstegs mit der über 10.3 berechenbaren Gesamtwärmeleitfähigkeit macht deutlich, dass diese maßgeblich durch den Thermalisierungssteg und dabei insbesondere durch dessen vergleichsweise schlechtes Restwiderstandsverhältnis limitiert ist.

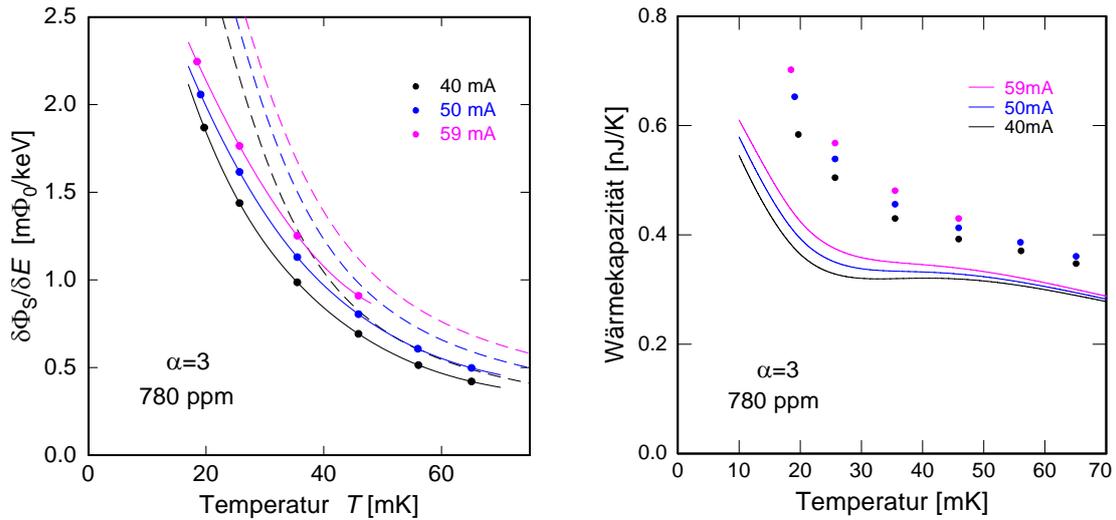
In zukünftigen Messungen könnte dies zum einen durch eine Verbreiterung oder aber eine Verkürzung der Stege umgangen werden. Dabei ist jedoch zu berücksichtigen, dass eine Verbreiterung gleichzeitig zu einer Vergrößerung der Wärmekapazität des Detektors und damit zu einer Reduzierung des Signals führt. Im Fall der Verkürzung der Stege muß darauf geachtet werden, dass deren Länge derart gewählt wird, dass die Gold-Drähte auch in zukünftigen Messungen trotz des auf dem Sensor zu befestigenden Absorbers noch problemlos mit den Thermalisierungsstegen durch Ultraschallpulse verschweißt werden können. Ein weiterer Ansatz könnte es sein zu versuchen die Filmqualität durch ein Tempern der Au:Er-Sensoren zu verbessern, um dadurch die spezifische Wärmeleitfähigkeit der Au:Er-Schicht zu erhöhen.

### Analyse der Signalgröße

Die Berechnung des Detektorsignals in Kapitel 4.4 hat gezeigt, dass das Detektorsignal eines magnetischen Kalorimeters neben der Temperaturabhängigkeit der Magnetisierung  $\partial M/\partial T$  auch durch die Gesamtwärmekapazität des Detektors bestimmt wird. Diese ist, nachdem beim Aufbau des Detektors auf einen Absorber verzichtet wurde, durch die Wärmekapazität des Sensors gegeben. Die Charakterisierung der aufgesputterten Au:Er-Sensoren kann daher indirekt über einen Vergleich zwischen der theoretisch erwarteten und der im Experiment gemessenen Signalgröße erfolgen. Zudem kann die Wärmekapazität bei bekannter Magnetisierung aus der Signalgröße bestimmt werden.

Abbildung 10.5 (links) zeigt die Signalgröße  $\delta\Phi_S$ , die im SQUID-Magnetometer pro eingetragener Energie  $\delta E$  nachgewiesen wird, in Abhängigkeit von der Temperatur für drei unterschiedliche Feldströme von 40 mA, 50 mA und 59 mA. Die gemessenen Werte sind dabei in Form von Punkten dargestellt. Da die Messwerte der einzelnen Feldströme relativ nah beieinander liegen, wurden die zu einem bestimmten Feldstrom gehörigen Messwerte der Übersichtlichkeit halber durch durchgezogene Linien miteinander verbunden. Die neben den Messwerten und den durchgezogenen Kurven eingezeichneten gestrichelten Kurven entsprechen dagegen der gemäß Kapitel 4.4 theoretisch berechneten Temperatur-

<sup>3</sup>Hierbei wurde davon ausgegangen, dass der bei tiefen Temperaturen gemessene spezifische Widerstand von Au:Er nur noch durch die Streuung von Elektronen an Defekten hervorgerufen wird. Mit  $RRR = 1,7$  ergibt sich unter dieser Annahme für den spezifischen Widerstand von Au:Er bei tiefen Temperaturen ein Wert von  $\rho_{Au} = 3,1 \cdot 10^{-8}\ \Omega\text{m}$ .



**Abbildung 10.5: (links):** Temperaturverlauf der pro eingetragener Energie  $\delta E$  gemessenen (Punkte) bzw. theoretisch erwarteten (gestrichelte Linien) Signalgröße, für drei unterschiedliche in der Mäanderstruktur präparierte Feldströme. Der Au:Er-Sensor hatte eine Fläche von  $1\text{ mm} \times 1\text{ mm}$  und eine Dicke von  $3,5\ \mu\text{m}$ , während der Mäander eine Streifenbreite von  $5\ \mu\text{m}$  und einen Abstand zwischen den Streifen von  $5\ \mu\text{m}$  hatte. **(rechts):** Gemessene (Punkte) und theoretisch berechnete (Linien) Wärmekapazität des Au:Er-Sensors.

abhängigkeit der Signalgröße pro eingetragener Energie für die unterschiedlichen Feldströme. Wie bereits erwähnt wurde, kam zum Aufbringen der Au:Er-Filme ein Sputter-Target mit einer natürlichen Erbium-Isotopenzusammensetzung zum Einsatz. Bei der Berechnung wurde daher der Einfluss der  $^{167}\text{Er}$ -Ionen entsprechend der Überlegungen in Kapitel 3.4.2 berücksichtigt. Gemäß der Überlegungen zur Magnetisierung in Kapitel 10.1.1 gehen die Berechnungen dabei auch in diesem Fall von einem Wechselwirkungsparameter von  $\alpha = 3$  und einer Erbium-Konzentration von 780 ppm aus. Wie in Abschnitt 3.3.1 diskutiert wurde, nimmt die Signalgröße mit steigender Temperatur ab und ist, im Bereich kleiner Magnetfelder, umso größer, je größer das Magnetfeld ist.

Vergleicht man die gemessene Signalgröße mit den numerischen Simulationen, so zeigt sich, dass die gemessenen Werte für hohe Temperaturen eine Abweichung von etwa 15 % und bei tiefen Temperaturen von etwa 35 % zeigen. Der genaue Grund für diese Abweichungen ist bislang noch nicht vollständig geklärt.

In Abbildung 10.5 (rechts) ist die aus den experimentell bestimmten Werten von Magnetisierung und Signalgröße berechnete Wärmekapazität des Au:Er-Sensors in Form von Messpunkten dargestellt. Die neben den Datenpunkten eingezeichneten durchgezogenen Kurven entsprechen dem theoretisch erwarteten Verhalten. Bei der Betrachtung fällt auf, dass der qualitative Verlauf von theoretisch erwarteter und aus den Messdaten abgeleiteter Wärmekapazität sehr ähnlich ist. Ein Großteil der Abweichung bei  $T > 30\ \text{mK}$  könnte daher durch eine etwa 20 % größere Sensorhöhe erklärt werden. Um die Übereinstimmung der Magnetisierungsdaten mit der Theorie nicht zu 'zerstören', müßte der Gesamt-

Kopplungsfaktor zwischen Mäander und SQUID um etwa 15 % kleiner sein als erwartet, was aufgrund der Vereinfachung bei der Berechnung der Induktivitäten der involvierten supraleitenden Schichten nicht ausgeschlossen werden kann.

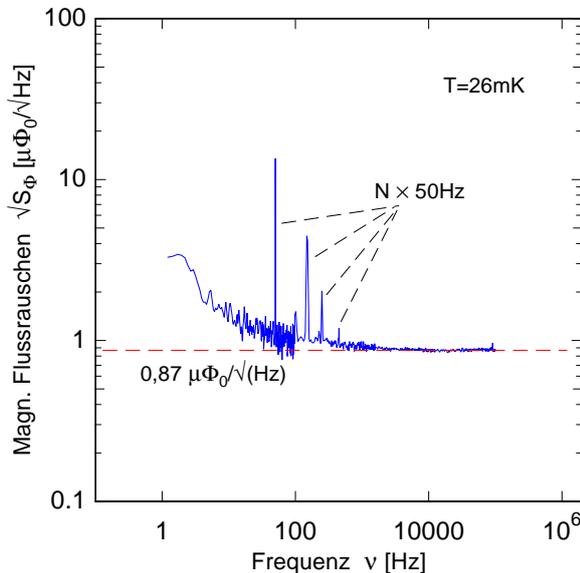
Geht man stattdessen von einem zusätzlichen thermodynamischen System als mögliche Ursache für die Signalreduktion aus, so müßte die Differenz zwischen den für die Wärmekapazität experimentell bestimmten Werten und dem theoretisch erwarteten Verhalten gerade der Wärmekapazität dieses Systems entsprechen. In diesem Fall muß die Wärmekapazität dieses zusätzlichen Systems zu tiefen Temperaturen hin zunehmen. Das System müßte ferner gut an das System der Leitungselektronen und der magnetischen Momente angekoppelt sein. Eine mögliche Ursache dieses zusätzlichen thermodynamischen Systems, könnte die vom Vollmaterial abweichende Morphologie der aufgesputterten Au:Er-Filme sein, die sich ferner in dem vergleichsweise geringen Restwiderstandverhältnis bemerkbar macht. Die zusätzliche Wärmekapazität könnte dabei zu einem kleineren Signal führen. Zum anderen könnte die veränderte Morphologie sich dahingehend auf die Signalform auswirken, dass der als Spitze beobachtbare erste Relaxationsprozess in der Realität noch deutlich spitzer zuläuft, hier jedoch nicht mehr aufgelöst werden konnte und so stets zu einem vermeintlich kleineren Signal führte. Um diesen Ansatz zu motivieren, soll an dieser Stelle noch einmal kurz auf die genaue Ursache dieses ersten Relaxationsprozesses eingegangen werden. Die Betrachtungen zur Signalform haben gezeigt, dass der erste durch die Zeitkonstante  $\tau_1$  beschriebene Relaxationsprozess auf das in Kapitel 3.5 beschriebene System der Kernquadrupolmomente zurückgeführt werden kann. Die Wärmekapazität des Systems der Kernquadrupolmomente wird dabei dadurch hervorgerufen, dass die Entartung der Energie-Eigenwerte der Gold-Kerne in der Nähe der eingebrachten Erbium-Ionen aufgehoben wird. Bewirkt wird dies dadurch, dass die in Gold eingebrachten Erbium-Ionen einerseits eine andere formale Ladung wie die Gold-Ionen besitzen und zum anderen zu Verzerrungen des fcc-Gitters führen, was insgesamt zu einem elektrischen Feldgradienten am Ort der Gold-Kerne führt. Berücksichtigt man, dass die Energieeigenwerte in reinem Gold aufgrund der kubischen Symmetrie des Gitters entartet sind, so wäre es durchaus denkbar, dass die in gesputterten Au:Er-Filmen vermutlich häufiger auftretenden Defekte und Korngrenzen zu einer stärkeren Störung der fcc-Symmetrie von Gold führen. Der hiermit verbundene Feldgradient könnte zusammen mit den Kernquadrupolmomenten zu deutlich schnelleren Relaxationsprozessen führen, die hier nicht aufgelöst werden konnten. Nachdem die Wärmekapazität des Systems der Kernquadrupolmomente mit  $C_n \propto T^{-2}$  zunimmt, sollte man davon ausgehen, dass dieser Effekt zu tiefen Temperaturen hin zunehmend an Bedeutung gewinnt. Während dieser Effekt daher für die bei Temperaturen oberhalb von 40 mK gemessenen Signalgrößen eine vermutlich eher untergeordnete Rolle spielt, könnte dieser Effekt die beobachtete zu tiefen Temperaturen hin zunehmende Abweichung der gemessenen Signalgröße von der theoretisch erwarteten Signalthöhe vollständig erklären. Unter Verwendung einer auf Geschwindigkeit optimierten Elektronik könnte dieser Effekt in zukünftigen Messungen genauer untersucht werden. Sollte sich herausstellen, dass die Morphologie Grund für die reduzierte Signalthöhe ist, so wäre ein Lösungsansatz um diesen sich nachteilig auswirkenden Effekt zu beheben ein nachträgliches Tempern der

aufgebrachten Filme oder eine erhöhte Substrattemperatur beim Sputtern.

Auch ein in einer frühen Phase der Thermalisierung erfolgender Verlust von athermischen Phononen an das Substrat könnte zur Reduzierung der Signalgröße führen. Energie, die dabei vor der Reaktion der magnetischen Momente auf den Wärmeeintrag an das Saphirsubstrat 'verloren' geht, sollte zwar entsprechend der Vorüberlegungen zur gleichen Signalförmung führen, sich allerdings gleichzeitig durch eine kleinere Signalamplitude bemerkbar machen. Grundsätzlich ist davon auszugehen, dass der Energieverlust hierbei von Röntgenquant zu Röntgenquant etwas variiert und so zu einer Verbreiterung der Energieauflösung führt. Es wird daher noch einmal genauer auf diesen Aspekt im Rahmen der Energieauflösung des Detektors in Kapitel 10.1.5 eingegangen.

### 10.1.3 Analyse der Rauschbeiträge

Im Folgenden wird zunächst das Rauschen des Verstärker-SQUIDs betrachtet. Während der Messungen war das Verstärker-SQUID dabei zusammen mit dem Detektor-SQUID und dem restlichen Detektoraufbau auf der Experimentierplattform des Kryostaten befestigt. Im Rahmen der Messungen wurde die Temperatur des Detektors und damit auch die Temperatur der beiden SQUIDs im Temperaturbereich zwischen 26 mK und 400 mK variiert. Abbildung 10.6 zeigt das für das Verstärker-SQUID gemessene Rauschspektrum bei einer Temperatur von 26 mK. Für das frequenzunabhängige weiße Rauschen lässt sich ein Wert von  $0,87 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$  ablesen.

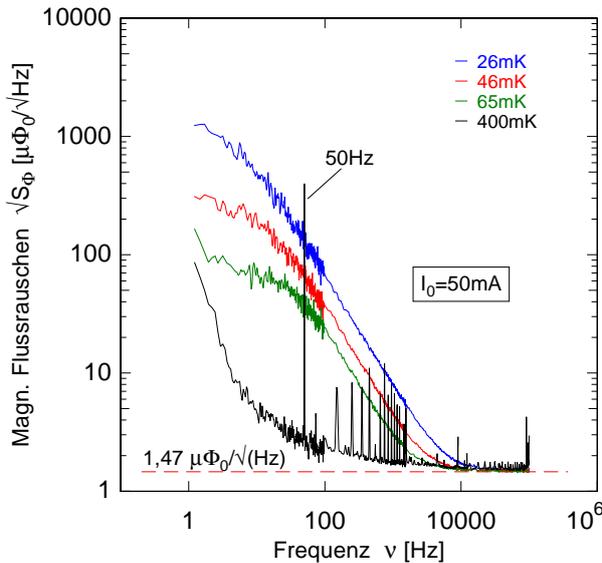


**Abbildung 10.6:** Gemessene spektrale Dichte des Flussrauschens  $\sqrt{S_\Phi}$  im Verstärker-SQUID (C1C08X25B). Das Verstärker-SQUID war wie das Detektor-SQUID auf der Experimentierplattform befestigt und besaß eine Temperatur von  $T = 26 \text{ mK}$ .

Das Spannungsrauschen der sich bei Zimmertemperatur befindlichen Elektronik besitzt im Frequenzbereich zwischen 100 Hz und 20 MHz einen Wert von  $0,33 \text{ nV}/\sqrt{\text{Hz}}$  (vgl. Abschnitt 6.3). Zusammen mit der Steigung der Kennlinie am Arbeitspunkt von  $2,28 \text{ mV}/\Phi_0$  ergibt sich so ein Beitrag von  $0,15 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$  zum scheinbaren Rauschen des Verstärker-SQUIDs.

Neben diesem Anteil trägt zudem noch das thermische Rauschen des Widerstands  $R_g$  zum scheinbaren Rauschen des Verstärker-SQUIDs bei. Mit einem Widerstandswert von  $R_g = 0,27 \Omega$  ergibt sich über  $M_{is2} \sqrt{4k_B T / R_g}$  ein Wert von  $0,06 \mu\Phi_0 / \sqrt{\text{Hz}}$ . Dabei bezeichnet  $M_{is2}$  die Gegeninduktivität zwischen dem Verstärker-SQUID und der Einkoppelspule des Verstärker-SQUIDs und besitzt einen Wert von  $M_{is2} = 57,7 \text{ pH}$ .

Durch eine inkohärente Addition dieser beiden Rauschbeiträge erhält man für das Rauschen des Verstärker-SQUIDs einen Wert von  $0,16 \mu\Phi_0 / \sqrt{\text{Hz}}$ . Der Unterschied zwischen diesem Wert und dem gemessenen Wert von  $0,87 \mu\Phi_0 / \sqrt{\text{Hz}}$  wird vermutlich durch das intrinsische Rauschen des Verstärker-SQUIDs bewirkt. Dieses müsste demnach einen Wert von  $0,85 \mu\Phi_0 / \sqrt{\text{Hz}}$  besitzen. Dieser Wert ist im Vergleich zu dem typischen Rauschen der C1C08X25B-SQUIDs von  $\approx 0,35 \mu\Phi_0 / \sqrt{\text{Hz}}$  relativ hoch. Da dieser Wert jedoch für das 'blanke' Verstärker-SQUID gemessen wurde, ist es denkbar, dass die Beschaltung des SQUIDs im Experiment zu Resonanzen bei der Josephson-Frequenz und höheren Harmonischen dieser Frequenz führt und sich schließlich in Form eines erhöhten intrinsischen Rauschens des Verstärker-SQUIDs bemerkbar macht. Dieses Verhalten ist für SQUIDs, die bei tiefen Temperaturen betrieben werden nicht ungewöhnlich und wurde bereits in früheren Arbeiten (vgl. [Por07]) beobachtet. Diese Interpretation wird dadurch unterstützt, dass im Experiment kleine Artefakte in der Kennlinie zu beobachten waren.



**Abbildung 10.7:** Gemessene spektrale Dichte des Flussrauschens  $\sqrt{S_\Phi}$  im Detektor-SQUID vom Typ VC1A für vier unterschiedliche Temperaturen im Bereich zwischen 26 mK und 400 mK bei einem Feldstrom von 50 mA.

Wir wechseln nun zum Flussrauschen des Detektor-SQUIDs. Abbildung 10.7 zeigt die spektrale Dichte des magnetischen Flussrauschens im Detektor-SQUID für vier unterschiedliche Temperaturen im Bereich zwischen 26 mK und 400 mK. Der dabei zur Erzeugung des Magnetfeldes in der Mäanderstruktur fließende Dauerstrom hatte einen Wert von 50 mA. Oberhalb einer Frequenz von etwa 10 kHz ist auch hier für jedes einzelne Spektrum ein Plateau zu erkennen. Der Wert dieses frequenzunabhängigen weißen Rauschens zeigt eine nur geringe Temperaturabhängigkeit und besitzt bei der Temperatur  $T = 26 \text{ mK}$  einen Wert von etwa  $1,47 \mu\Phi_0 / \sqrt{\text{Hz}}$ . Dieser Wert setzt sich aus dem intrinsischen Rauschen des Detektor-SQUIDs, dem durch die Fluss-zu Fluss-Verstärkung reduzierten Rauschen

des Verstärker-SQUIDs, dem magnetischen Johnson-Rauschen der metallischen Detektor-komponenten und dem hochfrequenten Plateau der thermodynamischen Fluktuationen zusammen. Für Frequenzen von  $\nu < 10$  kHz ist ein Anstieg des magnetischen Flussrauschens  $\sqrt{S_\Phi}$  zu erkennen, auf den im Anschluß an die nun folgenden Betrachtungen zum weißen Rauschen näher eingegangen wird.

Die experimentell bestimmte Fluss-zu-Fluss-Verstärkung zwischen den beiden SQUIDs hatte einen Wert von  $G_\Phi = 0,82$ , so dass das zuvor betrachtete Rauschen des Verstärker-SQUIDs einen Beitrag von  $1,06 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$  zum scheinbaren Flussrauschen des Detektor-SQUIDs liefert.

Bei der Berechnung der Grenzfrequenz für das niederenergetische Plateau der thermodynamischen Fluktuationen ergibt sich mit der bei 26 mK gemessenen Thermalisierungszeit von  $\tau_3 = 22$  ms ein Wert von etwa 7 Hz. Oberhalb von 10 kHz sollte daher nur die hochfrequente Stufe der thermodynamischen Energiefluktuationen von Relevanz sein. Hierfür kann gemäß des Ausdrucks 5.1 ein Wert von  $0,007 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$  berechnet werden, der demnach vernachlässigt werden kann.

Anhand von Gleichung 5.4 kann der Beitrag des magnetischen Johnson-Rauschens des Sensors in den Detektionsspulen zu  $1,2 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$  abgeschätzt werden. Um hieraus den Beitrag zum Rauschen im Detektor-SQUID zu berechnen, muß dieser Wert noch mit dem in Kapitel 4.4.2 berechneten Kopplungsfaktor  $K$  zwischen mäanderförmiger Detektionsspule und Detektor-SQUID multipliziert werden. Mit  $K = 0,007$  ergibt sich ein Beitrag von  $0,008 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$ , der damit ebenfalls vernachlässigt werden kann.

Nachdem der Halter, auf dem die Detektionsspulen aufgebracht sind, aus Messing besteht, muß auch das durch den Messinghalter in den Detektionsspulen erzeugte magnetische Johnson-Rauschen berücksichtigt werden. Ausgehend von einer Dicke des Halters von 1 mm und einem Abstand zwischen Detektionsspule und Halter von etwa 0,4 mm lässt sich für das magnetische Johnson-Rauschen nach [Fle03] ein Wert von  $21 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$  abschätzen<sup>4</sup>. Um hieraus den Beitrag zum Rauschen im Detektor-SQUID zu bestimmen, muß dieser Wert ebenfalls mit dem Kopplungsfaktor von  $K = 0,007$  multipliziert werden. Es ergibt sich hiermit ein zusätzlicher Beitrag von  $0,15 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$  im Detektor-SQUID.

Addiert man die Beiträge inkohärent auf, so ergibt sich ein Wert von  $1,07 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$ . Die Differenz zwischen diesem Wert und dem gemessenen Wert von  $1,47 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$  kann dem intrinsischen Rauschen des Detektor-SQUIDs zugerechnet werden. Für das intrinsische Rauschen des Detektor-SQUIDs ergibt sich demnach ein Wert von  $1,00 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$ .

Die in Abbildung 10.7 gezeigten Rauschspektren zeigen für Frequenzen unterhalb von 10 kHz ein zu kleineren Frequenzen hin mit  $S_\Phi \propto 1/\nu^2$  anwachsendes Rauschen. Dieser Beitrag nimmt mit sinkender Temperatur zu. Bei Temperaturen oberhalb von 400 mK ist

<sup>4</sup>Dabei wurde angenommen, dass eine mäanderförmige Detektionsspule in guter Näherung als kreisförmige Leiterschleife betrachtet werden kann, wobei der Radius derart gewählt wird, dass die Fläche des Mäanders gerade mit der Fläche der Leiterschleife übereinstimmt. Es wurde von einer inkohärenten Addition der Rauschbeiträge der beiden Mäander ausgegangen.

das niederfrequente Rauschen dagegen temperaturunabhängig.

Der bei tiefen Temperaturen beobachtete und proportional zu  $1/\nu^2$  anwachsende Anstieg im Rauschspektrum ist eine Folge von Temperaturänderungen des Au:Er-Sensors, die durch die Absorption von Röntgenquanten hervorgerufen werden. Nachdem die Signalgröße mit steigender Temperatur abnimmt, reduziert sich auch der durch die Röntgenquanten hervorgerufene Anteil im Rauschspektrum. Oberhalb einer Temperatur von etwa 200 mK hat die Signalgröße so weit abgenommen, dass dieser Beitrag zum Rauschen vernachlässigt werden kann und das Rauschen durch einen anderen niederfrequenten Anteil dominiert wird. Dieser verbleibende niederfrequente und temperaturunabhängige Rauschanteil wird Thema des folgenden Abschnitts sein.

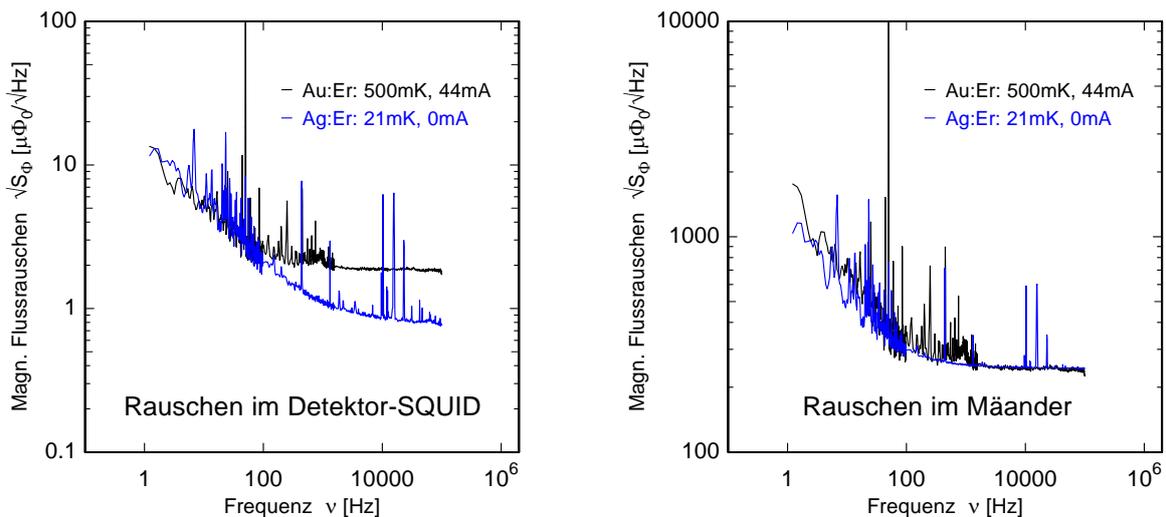
#### 10.1.4 Niederfrequentes Rauschen

Dieser temperaturunabhängige niederfrequente Beitrag zeigt ein zu kleinen Frequenzen hin proportional mit etwa  $S_\Phi \propto 1/\nu$  anwachsendes Verhalten. Die genaue Ursache dieses niederfrequenten Rauschbeitrages ist bislang noch nicht vollständig geklärt. In der Literatur [Wei96] wird häufig von einem solchen Beitrag für SQUIDs berichtet. Das bislang bei Rauschmessungen an SQUID-Magnetometern ohne Sensor gemessene niederfrequente Rauschen [Dan05] kann die beobachtbare Größe des Rauschanteils jedoch nicht erklären. Zur genauen Untersuchung des niederfrequenten Rauschbeitrages wurden dort Rauschmessungen mit einem gradiometrischen SQUID-Magnetometer in drei unterschiedlichen Konfigurationen durchgeführt. Die einzelnen Konfigurationen unterschieden sich dadurch, dass das SQUID zunächst ohne Sensor, dann mit einem Sensor und abschließend mit zwei identischen Sensoren bestückt wurde. Hierbei führte die Anwesenheit eines Sensors zu einem zusätzlichen niederfrequenten Anteil, der in etwa mit  $S_\Phi \propto 1/\nu$  anwuchs. Nachdem das Flussrauschen des SQUIDs von den Rauschspektren abgezogen wurde, zeigte sich zudem, dass sich die Werte des gemessenen Flussrauschens für das mit einem und dem mit zwei Sensoren bestückten SQUID bei einer Frequenz von 1 Hz gerade um einen Faktor  $\sqrt{2}$  unterschieden. Desweiteren ergaben Messungen [Fle03], dass dieser Rauschbeitrag in einem Temperaturbereich zwischen 22 mK und 2 K temperaturunabhängig ist und in etwa proportional mit der Erbium-Konzentration des Sensors,  $S_\Phi \propto x$ , anwächst. Diese Beobachtungen legen die Vermutung nahe, dass das Rauschen durch den Sensor hervorgerufen wird. Mögliche Ursachen könnten hier Fluktuationen der magnetischen Momente oder aber Wechselwirkungen zwischen den Erbium-Ionen und den Kernquadrupolmomenten von Gold sein. Da Silber kein Kernquadrupolmoment besitzt bieten sich Messungen mit einem Ag:Er-Sensor an, da diese weitere Hinweise auf die Natur des niederfrequenten Rauschbeitrages liefern könnten.

Im Folgenden sollen dazu die mit dem Au:Er-Detektor und dem Ag:Er-Detektor gemessenen niederfrequenten Anteile des Rauschens genauer untersucht werden. Um dabei sicherzustellen, dass der zu untersuchende niederfrequente Anstieg nicht durch absorbierte Röntgenquanten überdeckt wird, können hier unterschiedliche Strategien verfolgt werden.

Eine Möglichkeit besteht darin die Temperatur auf einen Wert oberhalb von 200 mK zu erhöhen. Bei dieser Temperatur hat sich die Signalgröße so weit reduziert, dass der durch die Röntgenquanten hervorgerufene Rauschanteil vernachlässigt werden kann. Alternativ kann die Messung ohne Feldstrom durchgeführt werden. Dieses Vorgehen besitzt den Vorteil, dass das Rauschen auch bei tiefen Temperaturen ermittelt werden kann. Eine weitere Möglichkeit besteht darin das Rauschen durch eine Fourier-Transformation aus den aufgenommenen Ruhesignalen zu ermitteln. Auch in diesem Fall sind Messungen bei tiefen Temperaturen möglich.

Bei Messungen mit dem Ag:Er-Aufbau zeigte sich dabei, dass der bei einer Temperatur von 21 mK gemessene niederfrequente Anstieg sich nur unmerklich von dem bei 700 mK gemessenen Anstieg unterschied. Dies legt die Vermutung nahe, dass der niederfrequente Anstieg auch im Fall des Ag:Er-Detektors temperaturunabhängig ist. Im Rahmen der Genauigkeit der Messung konnte für den Ag:Er-Aufbau ferner keine systematische Abhängigkeit von dem im Mäander präparierten Feldstrom beobachtet werden. Die drei hierbei verglichenen Rauschspektren wurden bei einer Temperatur von  $\approx 28$  mK gemessen, wobei der Feldstrom einen Wert von 15 mA, 24 mA bzw. 33 mA hatte.



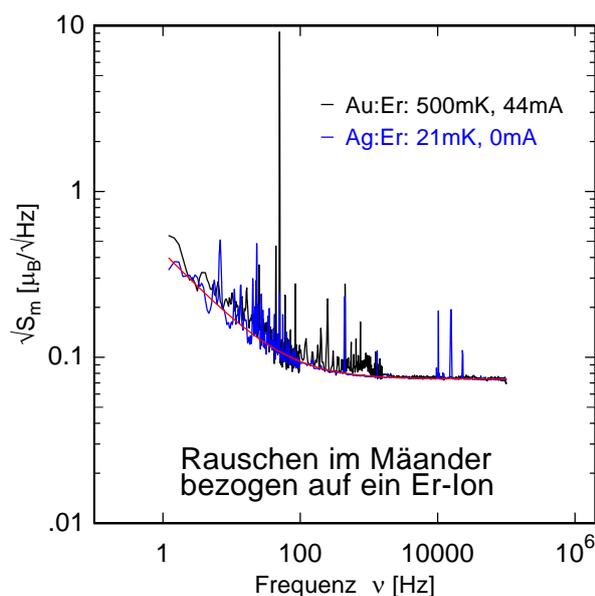
**Abbildung 10.8: (links):** Vergleich der für die beiden Aufbauten im jeweiligen Detektor-SQUID gemessenen Rauschspektren. Das Rauschspektrum des Au:Er-Aufbaus wurde bei einer Temperatur von 500 mK und einem Feldstrom von 44 mA aufgenommen, während die Messung im Fall des Ag:Er-Aufbaus ohne Feldstrom und bei einer Temperatur von 21 mK erfolgte. **(rechts):** Um von dem jeweils verwendeten SQUID bzw. der Kopplung zwischen SQUID und Mäander unabhängig zu sein, wurde das gemessene Rauschen auf das Rauschen im Mäander zurückgerechnet. Zudem wurde zu dem Rauschspektrum des Ag:Er-Detektors ein frequenzunabhängiger Beitrag inkohärent addiert, um die beiden Spektren besser miteinander vergleichen zu können.

Abbildung 10.8 (links) zeigt das für den Ag:Er-Aufbau und den Au:Er-Aufbau im jeweiligen Detektor-SQUID gemessene Flussrauschen. Während das Rauschen im Fall des Au:Er-Aufbaus bei einer Temperatur von 500 mK und einem Feldstrom von 44 mA aufgenommen wurde, war im Fall des Ag:Er-Experiments kein Strom in der Mäanderstruktur

präpariert und die Temperatur hatte einen Wert von 21 mK. Obwohl die beiden Spektren bei gänzlich unterschiedlichen Bedingungen aufgenommen wurden, dürfen die beiden niederfrequenten Rauschanteile wegen deren Temperaturunabhängigkeit miteinander verglichen werden. Nachdem jedoch für die beiden Detektoren unterschiedliche SQUID-Magnetometer zum Einsatz kamen, wollen wir hier das Flussrauschen im Detektor-SQUID zunächst noch mit Hilfe der Kopplungsfaktoren zwischen dem Mäander und dem jeweiligen SQUID auf das Rauschen in der Detektionsschleife umrechnen. Das bei Frequenzen über 1 kHz beobachtete weiße Rauschen besitzt für die beiden Rauschspektren aufgrund der stark voneinander abweichenden Temperaturen deutlich unterschiedliche Werte. Um den niederfrequenten Anstieg beider Rauschspektren besser miteinander vergleichen zu können, wurde daher außerdem ein frequenzunabhängiger Beitrag künstlich zu dem Rauschspektrum des Ag:Er-Detektors addiert. Der Wert dieses zusätzlichen frequenzunabhängigen Beitrages wurde dabei so gewählt, dass das weiße Rauschen beider Rauschspektren miteinander übereinstimmt. Abbildung 10.8 (rechts) zeigt die sich so ergebenden Rauschspektren für die beiden Aufbauten.

Die Tatsache, dass die beiden Spektren im Bereich niedriger Frequenzen nahezu deckungsgleich übereinanderliegen, lässt nun zwei mögliche Interpretationen zu: (i) Zum einen wäre es denkbar, dass der hier beobachtete niederfrequente Anstieg durch einen bislang noch unbekanntem Effekt im Mäander bzw. dem Substrat verursacht wird, der für beide Detektoren gleich ist und den sonst beobachteten niederfrequenten Anstieg gänzlich überdeckt. Diese Interpretation wäre mit den in Abbildung 10.8 (rechts) gezeigten Daten in Einklang. Bemerkenswert bleibt hier jedoch die Tatsache, dass dieser niederfrequente Rauschanteil temperaturunabhängig ist. (ii) Geht man stattdessen davon aus, dass es sich um den gleichen Beitrag handelt, der bereits in früheren Messungen beobachtet wurde, so muß, wie die folgenden Betrachtungen zeigen werden, davon ausgegangen werden, dass der auf ein Erbium-Ion bezogene niederfrequente Anstieg für die Ag:Er-Legierung den gleichen Wert zeigt wie für die Au:Er-Legierung.

Dies soll im Folgenden verdeutlicht werden. Geht man davon aus, dass das beobachtete niederfrequente Rauschen durch die Er-Ionen hervorgerufen wird, so kann das auf ein Erbium-Ion bezogene Rauschen  $\sqrt{S_m}$  berechnet werden. In diesem Fall muss jedoch berücksichtigt werden, dass die Fluktuationen des magnetischen Moments im Fall des Ag:Er-Aufbaus, aufgrund des durch die Klebeschicht vergrößerten Abstandes zwischen Sensor und Mäander, weniger stark in Form von Rauschen im Mäander zu sehen sind. Andererseits ist hier auch zu beachten, dass sich die Erbium-Konzentrationen der beiden betrachteten Legierungen mit 780 ppm und 1260 ppm stark voneinander unterscheiden. Die Überlegungen in [Fle03] hatten gezeigt, dass der Rauschbeitrag in etwa proportional mit der Erbium-Konzentration des Sensors,  $S_\Phi \propto x$ , anwächst. Normiert man das gemessene Rauschen deshalb basierend auf diesem Zusammenhang auf ein Erbium-Ion und rechnet anschließend noch die unterschiedlichen Verteilungen der Geometriefaktoren  $P(G)$  heraus, so erhält man die in Abbildung 10.9 gezeigten Spektren. Es wird deutlich, dass die beiden Spektren nahezu deckungsgleich übereinander liegen. Das bedeutet aber, dass



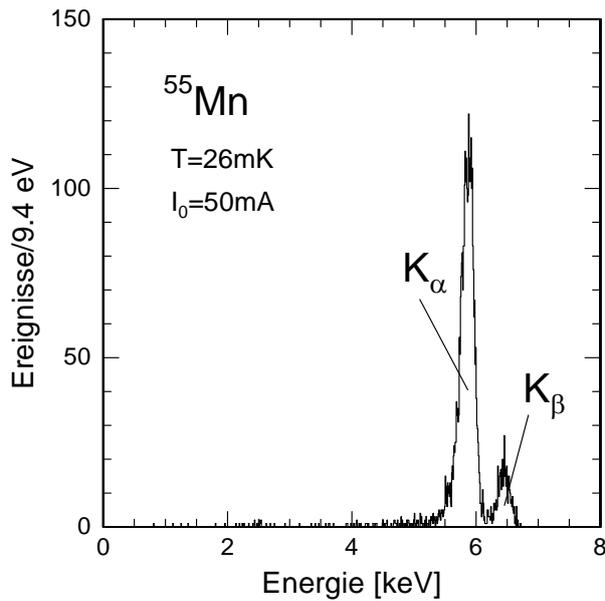
**Abbildung 10.9:** Spektrale Dichte der Fluktuationen des magnetischen Moments  $\sqrt{S_m}$  für die beiden mit unterschiedlichen Sensoren bestückten Aufbauten, bezogen auf ein Erbium-Ion.

wenn man davon ausgeht, dass das Rauschen durch die Erbium-Ionen hervorgerufen wird, man für die Ag:Er-Legierung das gleiche Rauschen pro Erbium-Ion erhält, wie im Fall der Au:Er-Legierung. Dies würde Wechselwirkungen der Erbium-Ionen mit den Kernquadrupolmomenten als mögliche Ursache ausschließen, da Silber kein Kernquadrupolmoment besitzt. Die zusätzlich eingezeichnete Kurve wurde an die Daten angepaßt und zeigt zu niedrigen Frequenzen hin einen linearen Verlauf mit einer Steigung von  $-0,43$ . Der auf ein Erbium-Ion bezogene niederfrequente Beitrag des Rauschens läßt sich entsprechend für beide Aufbauten durch  $S_{m,NF} = 0,18 \mu_B^2/\text{Hz} \cdot (\nu/\text{Hz})^{-0,86}$  beschreiben.

### 10.1.5 Spektrum einer $^{55}\text{Fe}$ -Röntgenquelle

Zur Bestimmung der Energieauflösung des Detektors wurde mit dem Detektor das Energiespektrum der verwendeten  $^{55}\text{Fe}$ -Röntgenquelle aufgenommen. Die Eigenschaften dieser Röntgenquelle wurden in Abschnitt 9.3.1 beschrieben. Die Temperatur des Detektors betrug  $T = 26 \text{ mK}$  und der zur Erzeugung des Magnetfeldes in der Mäanderstruktur präparierte Dauerstrom hatte einen Wert von  $I_0 = 50 \text{ mA}$ , was einem mittleren Magnetfeld von  $2,56 \text{ mT}$  im Volumen des Sensors entspricht. Den gemessenen pulsartigen Detektorsignalen wurde über die in Kapitel 9.2 beschriebene  $\chi^2$ -Methode jeweils eine relative Signalamplitude zugeordnet. Dabei diente ein durch Mittelung über mehrere Einzelpulse gewonnener Musterpuls als Referenzsignal. Die so gewonnenen relativen Amplituden konnten dann anhand der Pulshöhe der Ereignisse, die der  $K_\alpha$ -Linie zugeordnet werden können, auf eine absolute Energieskala umgerechnet werden.

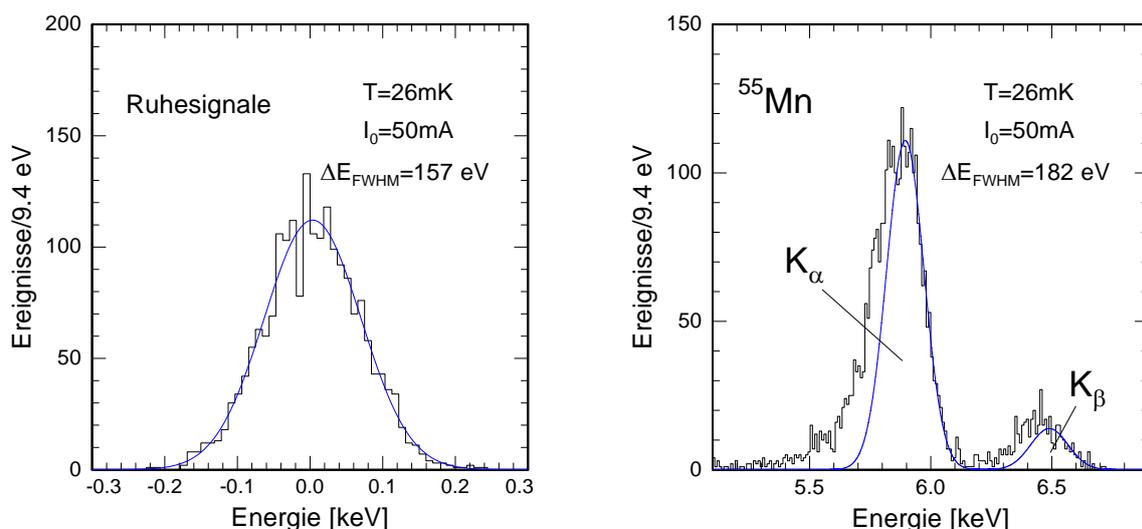
Abbildung 10.10 zeigt das so gemessene Energiespektrum der  $^{55}\text{Fe}$ -Quelle im Energiebereich zwischen  $0 \text{ keV}$  und  $8 \text{ keV}$ . Die mittlere Rate lag im Experiment bei ungefähr  $180 \text{ Ereignissen/Sekunde}$ . Bei der Messung wurden ca.  $3800$  Einzelereignisse und ca.  $2000$  Ruhesignale in einer Messzeit von etwa  $10$  Stunden aufgenommen. Vergleicht man die Rate



**Abbildung 10.10:** Gemessenes Röntgenspektrum der  $^{55}\text{Fe}$ -Röntgenquelle.

mit der Anzahl der aufgenommenen Ereignisse und der dafür benötigten Zeit, so wird klar, dass eine Vielzahl von Ereignissen bei der Datenaufnahme als auch bei der Auswertung verworfen wurden. Die Diskussion der im Experiment aufgetretenen Thermalisierungszeiten in Kapitel 10.1.2 macht deutlich, dass die Kombination aus der verhältnismäßig hohen Rate und der hierzu vergleichsweise langen Thermalisierungszeit des Detektors in einer Vielzahl von Fällen zu Mehrfach-Ereignissen in einem Zeitfenster führt. Sitzt ein Puls jedoch noch auf der abfallenden Flanke der vorausgegangenen Pulses, so ist eine Bestimmung der Energie schwierig. Nachdem dies zu einer Reduzierung der Energieauflösung führt, wurden bereits während der Datenaufnahme, als auch bei der anschließenden Auswertung der Daten, eine Reihe von Ereignissen über ein  $\chi^2$ -Kriterium verworfen. Zudem wurde dieser Effekt, wie wir noch sehen werden, durch geeignete Einstellungen im Datenaufnahmeprogramm stark reduziert, was gleichzeitig dazu führte dass weniger Pulse aufgenommen wurden.

Die neben den Pulsen aufgenommenen Ruhesignale spiegeln alle im elektronischen Signal des Detektors enthaltenen Rauschanteile wieder. Nicht erfasst werden hingegen beispielsweise Schwankungen der Arbeitstemperatur, mögliche Ortsabhängigkeiten der Signalamplitude und ein variierender Phononenverlust, da sich diese nicht unmittelbar auf das elektronische Signal, sondern vielmehr auf die Form und Größe der aufgenommenen Pulse auswirken und so zu einem 'Aussmieren' der Linienspektren führen. Ein Vergleich der aus den Ruhesignalen bestimmbaren Energieauflösung mit der Breite der gemessenen Linienspektren erlaubt somit eine differenziertere Analyse der Rauschbeiträge. Zur Bestimmung der Energieauflösung aus den Ruhesignalen addiert man zu jedem Ruhesignal jeweils den zeitlichen Verlauf des Musterpulses und bestimmt anhand der in Kapitel 9.2 beschriebenen  $\chi^2$ -Methode die Signalhöhe. Abschließend subtrahiert man noch die Energie des Musterpulses und trägt die sich so ergebenden Energien in einem Histogramm auf. Aus der Breite der hieraus resultierenden Verteilung kann die instrumentelle Energieauf-



**Abbildung 10.11: (links):** Verteilung der Ruhesignale bei einer Temperatur von 26 mK und einem Feldstrom von 50 mA. Zusätzlich ist eine gaußförmige Kurve eingezeichnet, die an die Daten angepaßt wurde und eine Halbwertbreite von 157 eV besitzt. **(rechts):** Röntgenspektrum der  $K_\alpha$ - und  $K_\beta$ -Linie von Mangan bei einem Feldstrom von 50 mA und einer Temperatur von 26 mK. Die beiden eingezeichneten gaußförmigen Kurven wurden an der rechten Flanke der  $K_\alpha$ -Linie bzw. der  $K_\beta$ -Linie angepaßt und besitzen eine Halbwertsbreite von 182 eV.

lösung des Detektors bestimmt werden. Unter der Voraussetzung, dass das Rauschen der aufgenommenen Pulse nicht systematisch von dem durch die Ruhesignale repräsentierten stationären Rauschen abweicht, sollte die Energieauflösung der Verteilung der Ruhesignale nicht von der Energieauflösung der  $K_\alpha$ - und  $K_\beta$ -Linie abweichen.

Abbildung 10.11 (links) zeigt die sich auf diese Weise ergebende Verteilung der Ruhesignale im hier betrachteten Fall. Zur Bestimmung der Energieauflösung wurde eine gaußförmige Kurve an die Daten angepaßt. Diese ebenfalls eingezeichnete Gauß-Kurve stimmt dabei gut mit der Form der gemessenen Verteilung überein und besitzt eine Halbwertsbreite von 157 eV. Die mit diesem Detektor in dieser Konfiguration und dem verwendeten Algorithmus maximal erreichbare Energieauflösung liegt demnach bei 157 eV.

Um nun diese Energieauflösung mit der Energieauflösung des Detektors im Fall endlicher Energien vergleichen zu können, wurden die  $K_\alpha$ - und die  $K_\beta$ -Linie von  $^{55}\text{Mn}$  näher betrachtet. Abbildung 10.11 (rechts) zeigt dazu einen Ausschnitt des in Abbildung 10.10 gezeigten Spektrums. Die zusätzlich eingezeichnete Kurve setzt sich aus zwei gaußförmigen Kurven mit einer Halbwertsbreite von 182 eV zusammen, wobei die Schwerpunkte der beiden gaußförmigen Kurven mit den in Kapitel 9.3.1 angegebenen Energien der  $K_\alpha$ - und der  $K_\beta$ -Linie übereinstimmen. Während die rechte Flanke sowohl im Fall der  $K_\alpha$ - als auch der  $K_\beta$ -Linie gut mit der jeweiligen gaußförmigen Kurve übereinstimmt, weisen die beiden gemessenen Linien eine niederenergetische Schulter auf und weichen entsprechend zu niedrigeren Energien von der jeweiligen gaußförmigen Kurve ab.

Im Folgenden wird nun auf die gegenüber der Verteilung der Ruhesignale beobachtbare

Verbreiterung der  $K_\alpha$ - und der  $K_\beta$ -Linie von  $\sqrt{(182\text{ eV})^2 - (157\text{ eV})^2} = 92\text{ eV}$  bei  $5,9\text{ keV}$  eingegangen. Wie bereits zuvor erwähnt wurde, kommen hierbei nur Effekte in Betracht, die die Größe oder die Form der aufgenommenen Pulse beeinflussen.

Eine mögliche Ursache stellen Schwankungen der Arbeitstemperatur dar. Die während der Messung aufgetretenen Temperaturschwankungen lagen etwa im Bereich von  $\Delta T/T \leq 0,6\%$ . Schwankungen dieser Größenordnung wirken sich nur unwesentlich auf das durch die Ruhesignale repräsentierte Rauschen aus. Aufgrund der starken Temperaturabhängigkeit der thermodynamischen Eigenschaften des Detektors sind die Auswirkungen auf die Signalamplitude deutlich stärker, wodurch sich aus den Temperaturschwankungen Schwankungen der Signalamplitude ergeben. Der hierdurch hervorgerufene zusätzliche Beitrag zur Energieauflösung kann näherungsweise<sup>5</sup> über  $\Delta E \simeq E \cdot \delta T/T$  zu  $35\text{ eV}$  abgeschätzt werden. Dieser Wert ist zu gering um die beobachtete Differenz von  $92\text{ eV}$  vollständig erklären zu können. Um in zukünftigen Messungen jedoch nicht hierdurch limitiert zu sein, wurden inzwischen Verbesserungen am Kryostaten und der Temperaturstabilisierung durchgeführt, wodurch die Temperaturschwankungen bei einer Temperatur von etwa  $20\text{ mK}$  in kürzlich durchgeführten Messungen bereits auf etwa  $30\text{ }\mu\text{K}$  reduziert werden konnten. Dies entspricht einer relativen Ungenauigkeit von etwa  $\Delta T/T \leq 0,15\%$  und damit einem zusätzlichen Beitrag zur Energieauflösung von nur noch etwa  $9\text{ eV}$  statt  $35\text{ eV}$ .

Die Kombination aus der verhältnismäßig hohen Rate und der hierzu vergleichsweise langen Thermalisierungszeit kann wie bereits zuvor erwähnt wurde dazu führen, dass ein Teil der aufgenommenen Pulse auf der abfallenden Flanke eines vorrausgegangenen Pulses sitzt. Bei der Bestimmung der Signalamplitude kann dies jedoch zu leicht verfälschten Werten führen, und so in einer Verbreiterung der Energieauflösung resultieren. Um diesen Effekt bei der Datenaufnahme möglichst gering zu halten, wurde das Aufnahmeprogramm dahingehend konfiguriert, dass ein Signal erst dann aufgezeichnet wurde, wenn zwischen dem Trigger-Signal dieses Pulses und dem zuvor durch einen Puls ausgelösten Trigger-Signal eine Zeit von mindestens  $77\text{ ms}$  vergangen war. Hierdurch konnte dieser Effekt stark reduziert werden und sollte hier nur eine untergeordnete Rolle spielen.

Der aufgesputterte Au:Er-Sensor des hier diskutierten Detektors wurde zur besseren thermischen Ankopplung über dünne Gold-Drähte mit dem als Wärmebad fungierenden Messinghalter verbunden. Diese zusätzliche Verbindung zum Wärmebad führt wie wir im Folgenden sehen werden mit sehr großer Wahrscheinlichkeit zu einer Abhängigkeit des Detektorsignals vom Ort an dem die Energie im Sensor deponiert wird. Diese Positionsabhängigkeit spielt vermutlich die entscheidende Rolle für die Verbreiterung der Energieauflösung, als auch für die bei beiden Linien jeweils beobachtete langsam auslaufende niederenergetische Schulter.

Bei Röntgenquanten, die in der näheren Umgebung des Thermalisierungsstegs auf den

---

<sup>5</sup>Ein Vergleich mit Abbildung 10.5 macht deutlich, dass in dem hier betrachteten Temperaturbereich näherungsweise  $\Delta E/E = \gamma \cdot \delta T/T$  mit  $\gamma \approx 1$  gilt.

Sensor treffen kann ein Teil der dabei im Sensor deponierten Energie bereits während der ersten Mikrosekunden über die Gold-Drähte zum Wärmebad hin abfließen. Dies kann zu einer Variation der Pulsform und Signalhöhe führen. Bei der Auswertung werden diesen Pulsen dann bedingt durch die unterschiedliche Form und Signalgröße etwas niedrigere Energien zugeordnet. Der Effekt nimmt dabei mit wachsendem Abstand zwischen dem Thermalisierungssteg und dem Ort der Energiedeposition zunehmend ab, so dass für die weiter entfernt auftreffende Röntgenquanten hingegen die 'volle' Energie bestimmt wird. Dieser Effekt würde zum einen die beobachteten niederenergetischen Schultern beider Linien als auch eine Verbreiterung der Energieauflösung erklären. Diese These wird durch zwei Aspekte unterstützt: (i) Zuvor wurde bereits darauf hingewiesen, dass im Rahmen dieser Arbeit ein weiterer Detektor aufgebaut und vermessen wurde [Bur07], der sich von dem hier beschriebenen Detektor hauptsächlich durch zwei Dinge unterschied. Zum einen war dieser Detektor nicht über Gold-Drähte mit dem Wärmebad verbunden und zum anderen ragte der dort aufgespottete Sensor teilweise bis zu  $30\ \mu\text{m}$  über die vom Mäander aufgespannte Fläche. Auch in diesen Messungen wurde zwar eine Positionsabhängigkeit nachgewiesen, die jedoch zum einen deutlich geringer ausfiel und zu anderen wie in [Kem07] beschrieben wurde, hauptsächlich durch die sich außerhalb des Mäanders befindlichen Sensorbereiche hervorgerufen wurde. (ii) Zudem wird die These noch durch die in [Pie08] beschriebenen Messungen unterstützt. Der dort untersuchte Detektor besaß im Gegensatz zu dem hier diskutierten Detektor keine quadratische ( $1\ \text{mm} \times 1\ \text{mm}$ ), sondern eine rechteckige ( $2\ \text{mm} \times 0,5\ \text{mm}$ ) Form. Außerdem verfügte der verwendete Kollimator über zwei Löcher, so dass die Röntgenquanten bevorzugt auf zwei räumlich voneinander getrennte Bereiche des Sensors auftrafen, die hierbei unterschiedlich weit von der thermischen Ankopplung zum Wärmebad entfernt waren. Dies führte in den Messungen zu zwei Pulsfamilien, die sich deutlich hinsichtlich des Signalabfalls unterschieden und infolgedessen trotz gleichem Energieeintrag im Detektor bei unterschiedlichen Energien im Spektrum registriert wurden. Nachdem die Röntgenquanten im hier diskutierten Fall nicht auf zwei deutlich unterschiedliche Positionen des Sensors auftreffen, sondern kontinuierlich über die gesamte Fläche des Sensors verteilt sind, führt die Positionsabhängigkeit zu Pulsen, deren Eigenschaften eher kontinuierlich variieren. Dies führte dazu, dass nur ein Teil der niederenergetischen Schulter durch das Anwenden eines  $\chi^2$ -Kriterium diskriminiert und damit reduziert werden konnte.

Ein weiterer möglicher Effekt, der die Degradierung der Energieauflösung und die beobachtbaren niederenergetischen Ausläufer der beiden Linien verstärken könnte, ist ein in einer frühen Phase der Thermalisierung des Detektors erfolgender variierender Verlust athermische Phononen an das Substrat. Energie die dabei vor der Reaktion der magnetischen Momente auf den Wärmeeintrag an das Saphirsubstrat 'verloren' geht, sollte zwar entsprechend der Vorüberlegungen zur gleichen Signalform führen, sich allerdings gleichzeitig durch eine kleinere Signalamplitude bemerkbar machen. Dies könnte gerade für den hier betrachteten Detektor von Bedeutung sein, da dieser über keinen zusätzlichen massiven Absorber verfügte und die Röntgenquanten hier vom Sensor absorbiert wurden. Die Absorptionslängen von Photonen mit einer Energie von  $6\ \text{keV}$  beträgt in Gold  $\lambda = 1,2\ \mu\text{m}$ .

Vergleicht man diesen Wert mit der Sensordicke von  $3,5 \mu\text{m}$ , so wird deutlich, dass ein nicht vernachlässigbarer Teil der Phononen erst im unteren Bereich des Sensors absorbiert wird, so dass es nicht unplausibel ist, dass ein Teil der Phononen an das Substrat verloren geht.

Sowohl der Verlust athermischer Phononen als auch die mögliche Positionsabhängigkeit können in zukünftigen Messungen durch die Verwendung eines Absorbers einfach umgangen werden und stellen daher keine Limitierung für den Detektor dar. Auch die Stabilität der Temperatur sollte sich, wie erste vielversprechende Messungen gezeigt haben, durch einige Veränderungen am Kryostaten und der Temperaturstabilisierung deutlich verbessern lassen.

Entsprechend [Mos84] läßt sich die zu erwartende Energieauflösung für den Detektor aus der gemessenen spektralen Dichte des Flussrauschens  $\sqrt{S_{\Phi}}$  und der Punktantwortfunktion des Detektors berechnen:

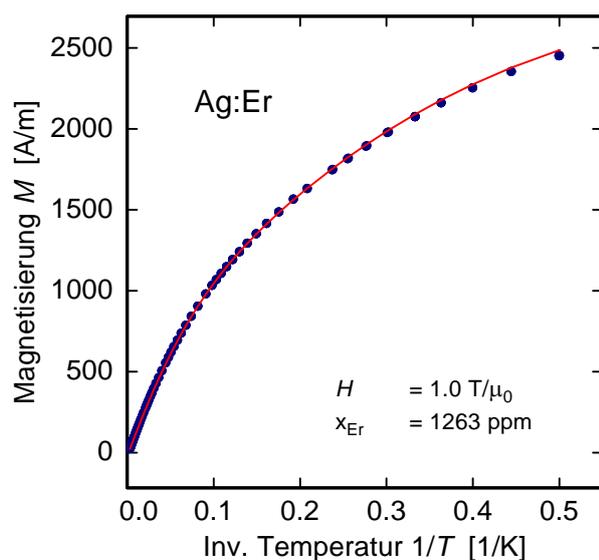
$$\Delta E_{\text{FWHM}} = \frac{2,35}{\sqrt{\int_0^{\infty} \text{SNR}^2(f) df}}. \quad (10.4)$$

Dabei bezeichnet  $\text{SNR}(f)$  das Signal-zu-Rauschen-Verhältnis, das aus der Fouriertransformierten der Punktantwortfunktion und dem Flußrauschen berechnet werden kann. Geht man für das in etwa proportional zu  $1/\nu$  anwachsende niederfrequente Rauschen von einem Wert von  $15 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$  bei 1 Hz (vgl. Abbildung 10.8 (links)) aus und berücksichtigt zudem das im Detektor-SQUID gemessene weiße Rauschen von  $1,47 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$  (vgl. Abbildung 10.7), so ergibt sich zusammen mit der Signalhöhe und der Abklingzeit für die zu erwartende Energieauflösung ein Wert von etwa 25 eV. Damit ist die zu erwartende Energieauflösung im Vergleich zu der aus der Verteilung der Ruhesignale bestimmten instrumentellen Energieauflösung von 157 eV deutlich geringer. Ein Teil der in den Rohdaten sichtbaren niederenergetischen Ausläufer wurde für das in Abbildung 10.10 gezeigte Spektrum bereits durch ein geeignetes  $\chi^2$ -Kriterium reduziert. Es zeigte sich dabei, dass sich die Pulse vor allem während der ersten 0,6 ms nach dem Triggerzeitpunkt von den restlichen Pulsen unterschieden. Um ein möglichst 'hartes'  $\chi^2$ -Kriterium zu erhalten, wurden deshalb nur dieses Energieintervall zur Energiezuordnung verwendet. Nachdem die Thermalisierungszeit bei 26 mK einen Wert von 22 ms aufwies, erhöht sich der Wert für die zu erwartende Energieauflösung nochmal um einen Faktor von etwa  $\sqrt{22/0,6} \approx 6$  und man erhält so einen Wert von  $\approx 150$  eV, der gut mit dem beobachteten Wert übereinstimmt.

## 10.2 Ag:Er-Aufbau

### 10.2.1 Magnetisierung des Sensormaterials Ag:Er

Zur Charakterisierung der Ag:Er-Legierung wurde zunächst die Magnetisierung für eine kleine im Lichtbogenofen hergestellte Ag:Er-Probe gemessen. Aus dieser wurde später auch der Sensor hergestellt. Die in Abbildung 10.12 gezeigte Messung erfolgte hierbei im Temperaturbereich zwischen 2 K und 330 K bei einem äußeren Magnetfeld von 1 T, wobei das bereits für die Au:Er-Filme verwendete kommerziell erhältliche SQUID-Magnetometer vom Typ MPMS XL verwendet wurde. Ziel der Messung war es die Konzentration und Qualität, der im Lichtbogenofen erzeugten Ag:Er-Legierung, zu bestimmen. Analog zu dem Vorgehen bei den Au:Er-Filmen wurde hierzu eine theoretische Kurve an die Daten angepaßt, die in der Abbildung in Form einer durchgezogenen Linie eingezeichnet ist und mit den Messdaten gut übereinstimmt. Die Berechnung der theoretischen Kurve basiert dabei auf den in [Hah92] angegebenen Kristallfeldparametern. Die Anpassung der Kurve erfolgte im Bereich zwischen 10 K und 330 K. Aus der Anpassung ergibt sich für die Erbium-Konzentration ein Wert von 1263 ppm.



**Abbildung 10.12:** Magnetisierung der zur Herstellung des Ag:Er-Sensors verwendeten Ag:Er-Probe. Die als durchgezogene Linie eingezeichnete Theoriekurve wurde im Temperaturbereich zwischen 10 K und 330 K an die Daten angepaßt. Die Berechnung der Kurve erfolgte mit Hilfe der in [Hah92] angegebenen Kristallfeldparameter.

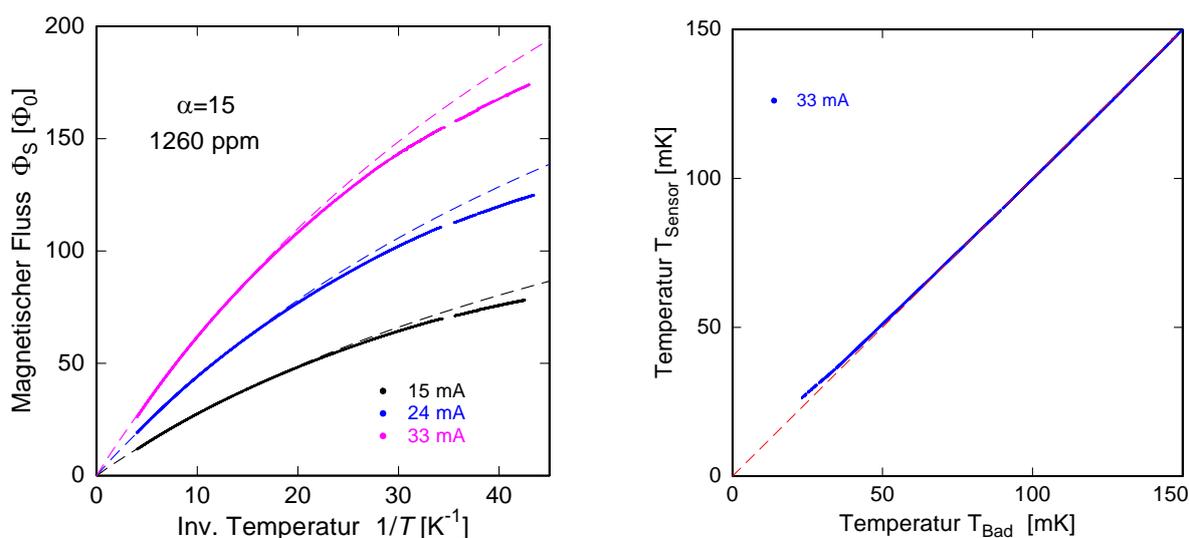
Nachdem die Arbeitstemperatur für die Detektoren typischerweise im Bereich von etwa 20 mK bis 50 mK liegt, ist die Messung der Magnetisierung für tiefere Temperaturen von zentralem Interesse. Hierzu wurde der in Kapitel 9.1.2 beschriebene und mit einem Ag:Er-Sensor bestückte Detektor verwendet. Wie die Überlegungen in Kapitel 10.1.1 gezeigt haben stellt die Magnetisierung des Sensors aufgrund der Inhomogenität des Magnetfeldes eine ortsabhängige Größe dar, die nur indirekt über die Flussänderung im Detektor-SQUID gemessen werden kann. Trotz dieser Tatsache wird die Flussänderung im Detektor-SQUID auch hier im Folgenden als 'Magnetisierungssignal' bezeichnet.

Abbildung 10.13 (links) zeigt die gemessene Temperaturabhängigkeit der Magnetisierung, des auf einem der beiden Mäander aufgebrachtten Ag:Er-Sensors, in Einheiten des ma-

netischen Flusses für drei unterschiedliche Feldströme von 15 mA, 24 mA und 33 mA. Die Feldströme entsprechen einem mittleren Magnetfeld im Volumen des Sensors von 0,40 mT, 0,64 mT bzw. 0,91 mT. Die Messung erfolgte im Temperaturbereich zwischen 23 mK und 260 mK. Die zusätzlich eingezeichneten gestrichelten Kurven zeigen das theoretisch berechnete Verhalten der Magnetisierung. Der 7,25  $\mu\text{m}$  dicke Ag:Er-Sensor wurde aus der zuvor betrachteten Ag:Er-Probe hergestellt. Die theoretischen Berechnungen gehen daher von einer Erbium-Konzentration von 1260 ppm aus. Nachdem für die Herstellung der Ag:Er-Legierung angereichertes Erbium verwendet wurde, war es hier nicht notwendig den Einfluß der  $^{167}\text{Er}$ -Ionen zu berücksichtigen. Für die Aluminium-Bonddrähte, über die die Einkoppelspule des Detektor-SQUIDs mit den beiden Mäandern verbunden war, wurde für die theoretischen Berechnungen von einer Induktivität von  $L_w = 4 \text{ nH}$  ausgegangen<sup>6</sup>. Der durch die Klebeschicht hervorgerufene Abstand zwischen dem Sensor und der auf den Detektionsspulen aufgetragenen  $\text{SiO}_2$ -Schicht wurde zu 420 nm abgeschätzt. Zusätzlich wurde berücksichtigt, dass die  $\text{SiO}_2$ -Schicht und die Gold-Thermalisierungsschicht zu einem zusätzlichen Abstand von 700 nm zwischen der Detektionsspule und dem Sensor führen. Ein Ziel der Messungen war die Bestimmung des Wechselwirkungsparameters  $\alpha$ . Die beste Übereinstimmung zwischen den theoretischen Berechnungen und den Daten erhält man für  $\alpha = 15$ . Der aus ESR-Messungen ableitbare Wert [Tao71] für  $\alpha$  bewegt sich entsprechend der dort angegebenen Fehlergrenzen zwischen 6,4 und 13,7. Damit liegt der hier bestimmte Wert nur knapp über dem vorhergesagten Bereich. Nachdem hier sowohl die Dicke der Klebeschicht als auch die Induktivität der Bondverbindungen nur grob abgeschätzt werden konnten, ist es durchaus möglich, dass sich hier auch eine gute Übereinstimmung für einen etwas kleineren Wechselwirkungsparameter ergibt.

Bis zu einer Temperatur von etwa 60 mK stimmt die gemessene Magnetisierung mit den numerischen Berechnungen überein. Unterhalb dieser Temperatur zeigt die gemessene Magnetisierung für alle Feldströme einen flacheren Verlauf als die jeweils zugehörige theoretische Kurve. Grund für das Abflachen ist vermutlich die von dem C4XS116W-SQUID-Chip dissipierte Leistung, die mit großer Wahrscheinlichkeit zu einem thermischen Abkoppeln des Messinghalters vom Wärmebad führt. Geht man davon aus, dass die theoretische Berechnung die Magnetisierung des Sensors unter der Voraussetzung, dass der Messinghalter nicht vom Wärmebad abkoppelt, beschreibt, so läßt sich die reale Temperatur des Sensors aus dem numerisch simulierten Temperaturverlauf der Magnetisierung ermitteln. Dazu weist man dem Sensor gerade die Temperatur zu, die die Simulation für den jeweils gemessenen Wert von  $\Phi_S$  liefert. Abbildung 10.13 (rechts) zeigt die so berechnete Temperatur des Sensors in Abhängigkeit von der Badtemperatur für einen Feldstrom von

<sup>6</sup>Der hier angenommene Wert von 4 nH für die Induktivität der Aluminium-Drähte liefert die beste Übereinstimmung zwischen den Daten und den berechneten Kurven, ist jedoch im Vergleich zum dem mit Hilfe von FEMM-Simulationen abgeschätzten Wert von etwa 2,5 nH um einen Faktor 1,6 größer. Da die Induktivität der Einkoppelspule des Detektor-SQUIDs (23,2 nH) und die Induktivität des Mäanders (27,6 nH) jedoch im Vergleich zur Induktivität  $L_w$  deutlich größere Werte besitzen, wirkt sich die Induktivität der Aluminium-Drähte entsprechend des Ausdrucks 4.9 nur geringfügig auf die berechneten Theoriekurven von Magnetisierung und Signalgröße aus.



**Abbildung 10.13: (links):** Temperaturverlauf des experimentell gemessenen und theoretisch berechneten magnetischen Flusses im Detektor-SQUID für drei unterschiedliche Feldströme. Das für die Erzeugung des  $7,25 \mu\text{m}$  dicken Ag:Er-Sensor verwendete Erbium lag in angereicherter Isotopenzusammensetzung vor. Die Theorie ist in Form gestrichelter Linien eingezeichnet. **(rechts):** Temperatur des Ag:Er-Sensors in Abhängigkeit von der Mischkammertemperatur des Kryostaten für einen Feldstrom von 33 mA.

33 mA. Die bei einer Badtemperatur von 23 mK erreichte maximale Temperaturdifferenz hat einen Wert von 3 mK. Für die Leistung die auf dem C4XS116W-Chip von dem darauf integrierten zweistufigen SQUID-Aufbau in den Shunt-Widerständen dissipiert wird, läßt sich ein Wert von  $\dot{Q} = 3,3 \text{ nW}$  abschätzen. Die so dissipierte Leistung fließt von dort aus durch den Messinghalter zum Wärmebad hin ab. Unter der Berücksichtigung der Geometrie des Messinghalters, dem Ort an dem der SQUID-Chip auf dem Halter befestigt ist und dem Ort an dem der Messinghalter mit dem Wärmebad verbunden ist, kann der durch den Messinghalter verursachte Wärmewiderstand bzw. die Wärmeleitfähigkeit des Wegs, den die Wärme im Halter zurücklegen muss, grob abgeschätzt werden. Mit der spezifischen Wärmeleitfähigkeit von Messing von etwa  $\kappa \approx 1,3 \cdot 10^{-4} \text{ W}/(\text{cm K})$  bei 23 mK ergibt sich für die Wärmeleitfähigkeit ein Wert von etwa  $G \approx 2,8 \cdot 10^{-6} \text{ W/K}$ . Mit diesen Werten für die Wärmeleitfähigkeit und der vom SQUID-Chip dissipierten Leistung ist bei einer Temperatur von 23 mK eine 1,2 mK höhere Temperatur für den Messinghalter und damit auch für den Detektor-Chip und den darauf aufgebrachtten Sensor zu erwarten. Dieser Wert stellt jedoch nur eine grobe untere Abschätzung für die Temperaturabweichung dar, da hier der Wärmewiderstand an der Kontaktfläche zwischen dem Messinghalter und dem Wärmebad vernachlässigt wurde. Um die Temperaturdifferenz von 3 mK erklären zu können, müßte der Wärmewiderstand dieser Kontaktstelle einen Wert von  $1/G = (1,8 \cdot 10^{-6} \text{ W/K})^{-1}$  besitzen. Die entspricht nach dem Wiedemann-Franz-Gesetz einem elektrischen Widerstand von etwa  $300 \mu\Omega$ . Geht man für die Hintereinanderschaltung von Messinghalter und der Kontaktstelle von einer Wärmeleitfähigkeit der Form  $G = G_0 \cdot T$  aus, so kann für die Temperatur des Sensors in guter Näherung die Beziehung  $T_{\text{Sensor}} = (T_{\text{Bad}}^2 + \dot{Q}/G_0)^{1/2}$

hergeleitet werden. Die Tatsache, dass der in Abbildung 10.13 (rechts) für die Sensortemperatur gezeigte Verlauf durch diese Beziehung in guter Näherung beschrieben werden kann, unterstützt noch einmal die Interpretation, dass die Abweichung der gemessenen Magnetisierung zu tiefen Temperaturen eine Folge des thermischen Abkoppelns des Messinghalters vom Wärmebad ist.

### 10.2.2 Eigenschaften des Detektorsignals

#### Signalform und Thermalisierungsverhalten des Ag:Er-Aufbaus

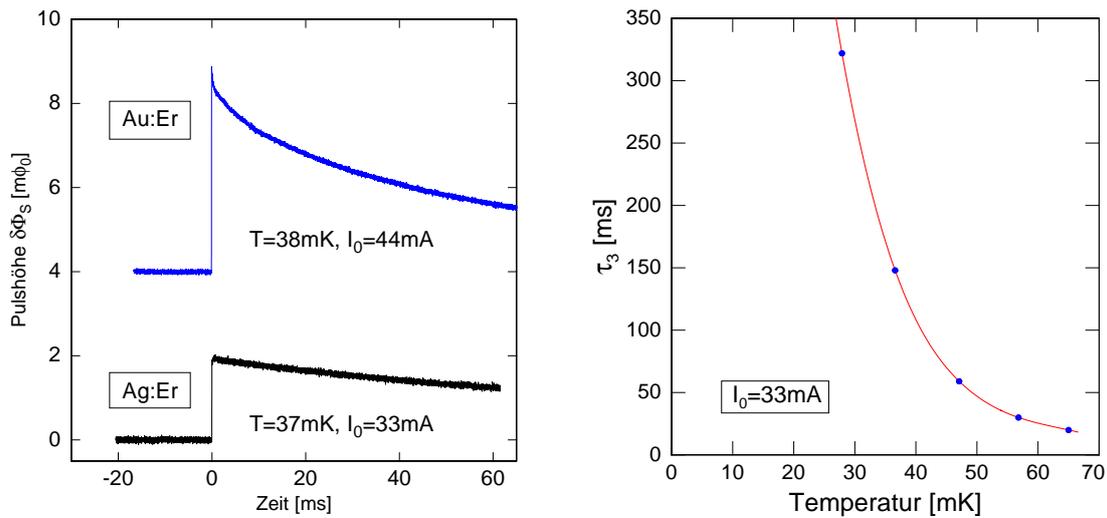
Der folgenden Abschnitt wird sich mit der Signalform und dem Thermalisierungsverhalten des Ag:Er-Detektors auseinandersetzen. In Abbildung 10.14 (links) ist der zeitliche Verlauf des Detektorsignals für den mit einem Ag:Er-Sensor bestückten Detektor dargestellt, der sich bei der Absorption eines Röntgenquants mit der Energie von 5,9 keV ergibt. Zum Vergleich ist zudem noch die sich für den gleichen Energieeintrag ergebende Pulsantwort des mit einem aufgesputterten Au:Er-Sensor versehenen Detektors gezeigt. Das Signal stammt hierbei von dem Au:Er-Aufbau bei dem der Sensor nicht über Gold-Verbindungsdrähte zusätzlich an das Wärmebad angekoppelt wurde (vgl. Kapitel 10.1.2). Während die Temperaturen bei den die Pulse aufgenommen wurden mit 38 mK im Fall des Au:Er-Aufbaus und 37 mK im Fall des Ag:Er-Aufbaus in etwa die gleichen Werte hatten, wichen die in der jeweiligen Mäanderstruktur präparierten Dauerströme mit 44 mA im Fall des Au:Er-Aufbaus und 33 mA im Fall des Ag:Er-Aufbaus voneinander ab. Grund für die deutlich kleinere Signalgröße im Fall des Ag:Er-Aufbaus ist neben dem kleineren Dauerstrom und der größeren RKKY-Wechselwirkung, der durch die Klebeschicht zwischen dem Ag:Er-Sensor und der Detektionsspule hervorgerufene Abstand. Die beiden gezeigten Pulse wurde durch eine Mittelung über mehrere hundert Einzelereignisse gewonnen.

Der Vergleich der beiden in Abbildung 10.14 (links) gezeigten Pulse macht deutlich, dass gerade der im Fall von Au:Er auf das Kernquadrupolmoment von Gold zurückgeführte und als 'Spitze' im Signal beobachtete erste Relaxationsprozess im Fall von Ag:Er fehlt. Grund hierfür ist die Tatsache, dass das Wirtsmaterial Silber im Gegensatz zu Gold kein Kernquadrupolmoment besitzt. Während die Betrachtungen in Kapitel 10.1.2 gezeigt haben, dass der Signalabfall im Fall des Au:Er-Aufbaus durch eine Summe aus drei Exponentialfunktionen beschrieben werden kann, lässt sich der Signalabfall im Fall des Ag:Er-Aufbaus durch zwei Exponentialfunktionen beschreiben:

$$\Phi(t) = \Phi_2 \cdot e^{-\frac{t}{\tau_2}} + \Phi_3 \cdot e^{-\frac{t}{\tau_3}}. \quad (10.5)$$

wobei die Zeitkonstanten hierbei aufgrund des fehlenden 'ersten' Relaxationsprozesses mit  $\tau_2$  und  $\tau_3$  bezeichnet wurden, um ein Vergleich mit den für den Au:Er-Aufbau diskutierten Zeitkonstanten zu erleichtern.

Die Amplitude  $\Phi_2$ , des durch die Zeitkonstante  $\tau_2$  beschriebenen Relaxationsprozesses nimmt mit wachsender Temperatur schnell ab und trägt selbst bei 28 mK nur mit etwa



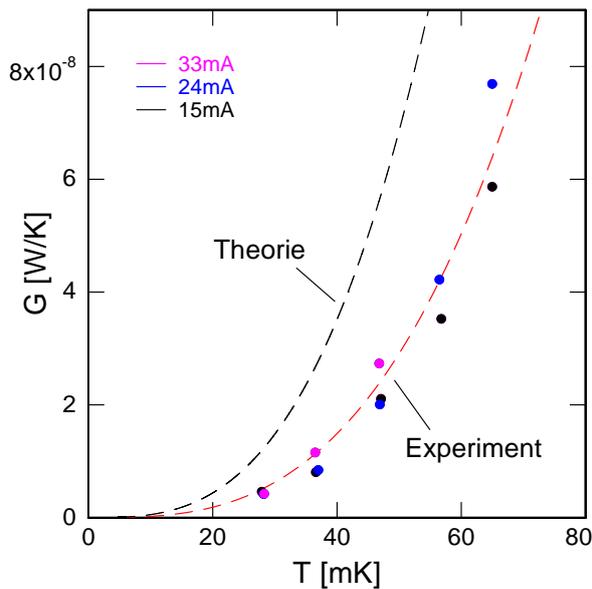
**Abbildung 10.14: (links):** Pulsantwort des mit einem Ag:Er-Sensor bestückten Detektors im Vergleich zu dem Signal das sich im Fall des mit einem Au:Er-Sensor bestückten Detektors ergibt, wobei die eingetragene Energie in beiden Fällen einen Wert von 5,9 keV hatte. Die Temperatur und der jeweils eingefrorene Dauerstrom sind in der Abbildung für den jeweiligen Puls angegeben. Beide gezeigten Detektorsignale wurden durch eine Mittelung über mehrere hundert Einzelpulse gewonnen. **(rechts):** Temperaturabhängigkeit der Thermalisierungszeit  $\tau_3$  des Ag:Er-Aufbaus für einen Dauerstrom von 33 mA. Zur optischen Führung des Auges wurden die Messpunkte durch eine durchgezogene Linie miteinander verbunden.

5 % zur gesamten Signalgröße bei. Dies wird bereits bei einem Vergleich mit der in Abbildung 10.14 (links) gezeigten Pulsantwort für den Ag:Er-Aufbau deutlich. Mit bloßem Auge würde man hier davon ausgehen, dass der Abfall durch nur eine Exponentialfunktion beschrieben werden kann. Dies macht es äußerst schwierig die Zeitkonstante selbst bei den tiefsten Temperaturen genau zu bestimmen. Entsprechend kann hier nur ein grober Wert für  $\tau_2$  angegeben werden. Es ergibt sich dabei ein Wert von etwa 8 ms. Die Genauigkeit mit der der Wert bestimmt werden kann lässt dabei keine Aussagen über die Abhängigkeit von der Temperatur und dem im Mäander präparierten Dauerstrom zu. Als Ursache für diesen Relaxationsprozess kommen die Kleberückstände, die  $\text{SiO}_2$ -Schicht oder aber auch die aus Niob bestehenden Detektionsspulen in Betracht, die ein zusätzliches thermodynamisches System darstellen könnten, in das eine kleine Menge der im Sensor deponierten Energie fließen kann. Diese würde sich in einer zusätzlichen Thermalisierungszeit bemerkbar machen.

Wie im Fall des Au:Er-Aufbaus spiegelt die Zeitkonstante  $\tau_3$  die Thermalisierung des Sensors mit dem Wärmebad wider und ist näherungsweise über  $\tau_3 \simeq C/G$  mit der Wärmekapazität  $C$  des Detektors und der Wärmeleitfähigkeit  $G$  zwischen Sensor und Wärmebad verknüpft. Abbildung 10.14 (rechts) zeigt die Temperaturabhängigkeit, der sich für den Ag:Er-Aufbau ergebenden Thermalisierungszeit  $\tau_3$  für einen Feldstrom von 33 mA, wobei die Messwerte zur Führung des Auges durch eine durchgezogene Linie miteinander verbunden wurden. Die Zeitkonstante nimmt dabei mit wachsender Temperatur schnell ab,

da die Wärmekapazität des Sensors mit zunehmender Temperatur kleiner wird, während die Wärmeleitfähigkeit gleichzeitig anwächst. Die hier beobachteten Werte sind deutlich größer als die Werte die für den mit Gold-Drähten zusätzlich an das Wärmebad angekopplten Au:Er-Detektor beobachtet wurden.

Um dies besser verstehen zu können, wird im Folgenden näher auf die Wärmeleitfähigkeit zwischen Sensor und Wärmebad eingegangen. Abbildung 10.15 zeigt die mit Hilfe des Ausdrucks 10.2 aus dem zeitlichen Verlauf des im SQUID nachgewiesenen Detektorsignals ermittelte Wärmeleitfähigkeit  $G$  zwischen dem Sensor und dem Wärmebad.



**Abbildung 10.15:** Temperaturabhängigkeit der experimentell ermittelten Wärmeleitfähigkeit zwischen dem Sensor und dem Wärmebad für drei unterschiedliche Feldströme. Neben der an die Daten angepassten Kurve ist noch die gemäß des Ausdrucks 10.6 theoretisch erwartete Wärmeleitfähigkeit als schwarz gestrichelte Kurve eingezeichnet.

Nachdem der Sensor hier nicht über Gold-Verbindungsdrähte zusätzlich mit dem Wärmebad verbunden ist, wird die Wärmeleitfähigkeit  $G$  zwischen Sensor und Wärmebad hier maßgeblich durch den Grenzflächenwiderstand  $R_{\text{GF}}$  zwischen Sensor und Saphirsubstrat bestimmt. Dabei wurde berücksichtigt, dass die mittlere freie Weglänge der Phononen in Saphir bei tiefen Temperaturen deutlich größer ist als die Abmessungen des verwendeten Saphirsubstrats. Das Substrat wird daher von den Phononen nicht 'gesehen' und kann vernachlässigt werden. Da die beiden Klebeschichten zwischen Sensor und Detektor-Chip und zwischen Detektor-Chip und Messinghalter im Vergleich zur Phononenwellenlänge sehr dünn sind, können auch diese vernachlässigt werden.

Der zwischen zwei unterschiedlichen Materialien auftretende Grenzflächenwiderstand, der auch als Kapitza-Widerstand bezeichnet wird, ist eine Folge des akustischen Impedanzunterschieds der Materialien. Der Impedanzunterschied wird dabei durch die unterschiedlichen Schallgeschwindigkeiten und Dichten der beiden Materialien hervorgerufen. Vereinfacht kann mit Hilfe des Snelliusschen Brechungsgesetzes gezeigt werden, dass dieser Widerstand eine  $T^{-3}$ -Abhängigkeit besitzt. Um die in der Realität auftretende Grenzflächen beschreiben zu können sind jedoch numerische Verfahren notwendig, die es erlauben die Polarisation der Phononen zu berücksichtigen. Für eine grobe Abschätzung des in unserem Fall zwischen dem Ag:Er-Sensor und Saphirsubstrat auftretenden Grenzflächen-

widerstands kann der in [Swa89] mit Hilfe des Acoustic Mismatch Model<sup>7</sup> berechnete Ausdruck für den Grenzflächenwiderstand zwischen Silber und Saphir herangezogen werden:  $R_{\text{GF}} = 1,82 \cdot 10^{-3} \text{ K}^4 \text{ m/W} \times T^{-3} A_{\text{GF}}^{-1}$ . Ausgehend von  $A_{\text{GF}} = 1 \text{ mm}^2$  ergibt sich demnach für die durch den Grenzflächenwiderstand bestimmte Wärmeleitfähigkeit zwischen Sensor und Wärmebad der Ausdruck:

$$G \simeq 5,49 \cdot 10^{-4} T^3 \left[ \frac{W}{K^4} \right]. \quad (10.6)$$

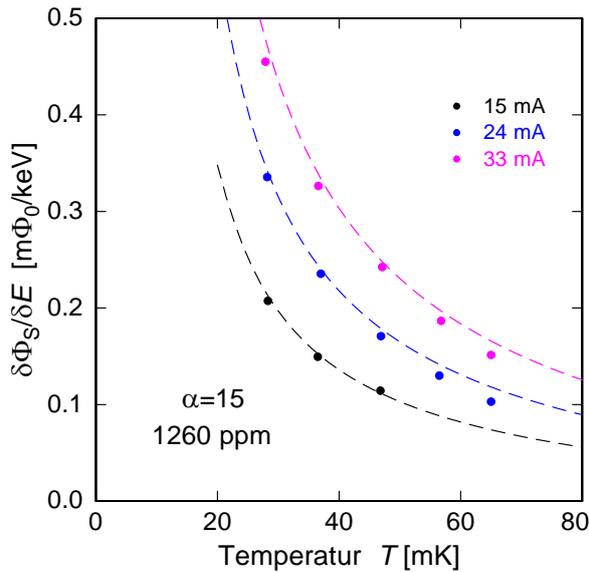
Nachdem bei der Betrachtung des Grenzflächenwiderstands die auf dem Detektorchip aufgebrachte  $\text{SiO}_2$ -Schicht, die aus Gold bestehende Thermalisierungsschicht als auch die Klebeschicht zwischen Sensor und Detektor-Chip vernachlässigt wurden, stellt der Ausdruck 10.6 nur eine grobe obere Abschätzung für die Wärmeleitfähigkeit zwischen Sensor und Wärmebad dar.

An die in Abbildung 10.15 gezeigten Daten wurde eine Kurve mit einem  $T^3$ -Verhalten angepaßt, die gut mit den Daten übereinstimmt. Dabei ergibt sich der Zusammenhang  $G \simeq 2,33 \cdot 10^{-4} T^3 \left[ \frac{W}{K^4} \right]$ . Zusätzlich wurde die gemäß des Ausdrucks 10.6 berechnete Kurve eingezeichnet.

### Analyse der Signalgröße

Im Folgenden wird die gemessene Pulshöhe mit den berechneten Werten verglichen. In Abbildung 10.16 ist die im SQUID pro Energieeintrag  $\delta E$  gemessene Signalgröße  $\delta \Phi_S$  in Abhängigkeit von der Temperatur für drei unterschiedliche Feldströme gezeigt. Die Feldströme von 15 mA, 24 mA und 33 mA entsprechen mittleren Magnetfeldern im Volumen des Sensors von 0,40 mT, 0,64 mT bzw. 0,91 mT. Die Temperaturen des Sensors wurden entsprechend der Abbildung 10.13 korrigiert. Die zusätzlich eingezeichneten gestrichelten Linien repräsentieren die numerisch simulierten Temperaturabhängigkeiten der Signalgröße pro eingetragener Energie für die jeweiligen Feldströme. Die Simulation geht dabei gemäß den Überlegungen zur Magnetisierung von einem Wechselwirkungsparameter von  $\alpha = 15$ , einer Kleber-Schichtdicke von 420 nm und einer Erbium-Konzentration von 1260 ppm aus. Zusätzlich wurde berücksichtigt, dass die  $\text{SiO}_2$ -Schicht und die Gold-Thermalisierungsschicht zu einem zusätzlichen Abstand von 700 nm zwischen der Detektionsspule und dem Sensor führen. Der Sensor hatte eine Dicke von  $7,25 \mu\text{m}$  und ragte auf jeder Seite etwa  $50 \mu\text{m}$  über die  $1 \text{ mm} \times 1 \text{ mm}$  große Mäanderfläche hinaus. Die sich hieraus ergebende zusätzliche Wärmekapazität wurde in den theoretischen Berechnungen berücksichtigt. Für die Kabelinduktivität der Aluminium-Bondverbindungen zwischen der Einkoppelspule des Detektor-SQUIDs und den beiden Mäandern wurde ein Wert von  $L_w = 4 \text{ nH}$  verwendet. Die Daten zeigen eine gute Übereinstimmung mit den so berechneten Theoriekurven. Da die Form der Theoriekurven empfindlich von dem Wechselwirkungsparameter  $\alpha$  abhängt zeigen die Theoriekurven bereits bei  $\alpha = 13$  eine deutlich schlechtere Übereinstimmung mit den Daten.

<sup>7</sup>Aus dem Englischen: acoustic mismatch = akustische Fehlanpassung



**Abbildung 10.16:** Temperaturabhängigkeit der Signalgröße pro eingetragener Energie für drei unterschiedliche Feldströme. Die gestrichelten Linien entsprechen dem theoretisch berechneten Verlauf für  $\alpha = 15$  und eine Konzentration von 1260 ppm. Der Ag:Er-Sensor hatte dabei eine Dicke von  $7,25 \mu\text{m}$  und ragte auf allen Seiten etwa  $50 \mu\text{m}$  über die  $1 \text{ mm} \times 1 \text{ mm}$  große Mäanderfläche hinaus.

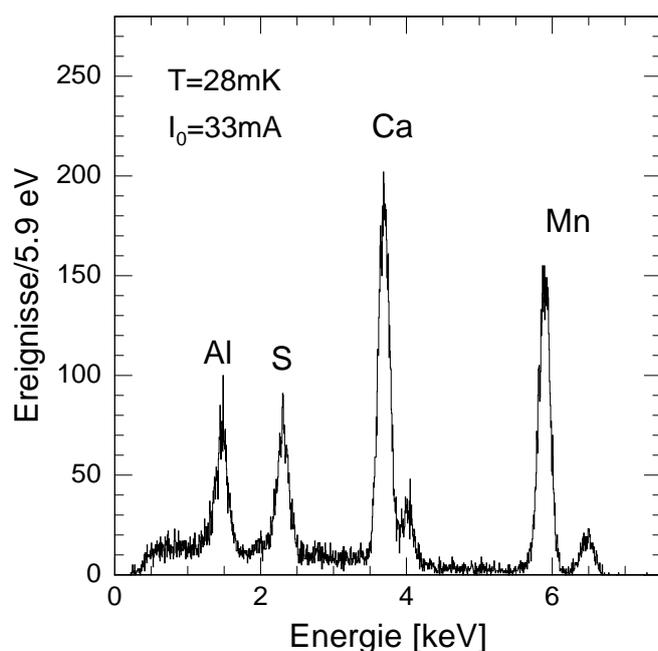
Die Signalhöhe ist im Vergleich zu der im Fall des Au:Er-Aufbaus gemessenen Pulshöhe deutlich kleiner. Dies ist zum einen eine Folge des kleineren mittleren Magnetfelds im Volumen des Sensors, das hier durch den kleineren Feldstrom und den größeren Abstand zwischen Sensor und Detektionsspule bewirkt wird. Das zum Feldstrom von 33 mA gehörige mittlere Magnetfeld im Volumen des Sensors hat einen Wert von  $0,91 \text{ mT}$ . Schafft man es dieses mittlere Magnetfeld durch die Präparation eines größeren Feldstroms und einen geringeren Abstand zwischen Sensor und Detektionsschleife um einen Faktor 5,5 zu vergrößern, so erwartet man bei einer Temperatur von  $28 \text{ mK}$  ein mehr als 2,6 mal größeres Signal.

Zum anderen führt auch der deutlich größere Wechselwirkungsparameter zu einer Signalreduktion. Für einen exakt identisch aufgebauten Detektor bei dem man lediglich den Ag:Er-Sensor durch einen gleich großen aus Au:Er-Vollmaterial ( $\alpha = 5$ ) bestehenden Sensor mit der gleichen Konzentration ersetzt, erwartet man bei einer Temperatur von  $28 \text{ mK}$  ein 1,4-mal größeres Signal. Dabei wird davon ausgegangen, dass für die beiden verglichenen Aufbauten jeweils ein Dauerstrom im Mäander präpariert wurde, der die Signalgröße maximiert.

### 10.2.3 Spektrum der Fluoreszenz-Röntgenquelle

Um die Energieauflösung des mit einem Ag:Er-Sensor bestückten Detektors zu bestimmen, wurde ein Energiespektrum der in Kapitel 9.3.2 beschriebenen Fluoreszenzquelle aufgenommen. Die Fluoreszenzquelle besitzt mehrere Linien und ermöglicht so zudem eine Charakterisierung des Detektors hinsichtlich dessen Linearität. Abbildung 10.17 zeigt das gemessene Energiespektrum der Fluoreszenzquelle im Bereich zwischen  $0 \text{ keV}$  und  $7,5 \text{ keV}$ . Die Messung erfolgte dabei bei einer Arbeitstemperatur von  $T = 28 \text{ mK}$  und einem in der Mäanderstruktur eingepprägten Feldstrom von  $33 \text{ mA}$ . Der Feldstrom entspricht dabei einem mittleren Magnetfeld im Volumen des Sensor von  $0,91 \text{ mT}$ . Die Umrechnung auf

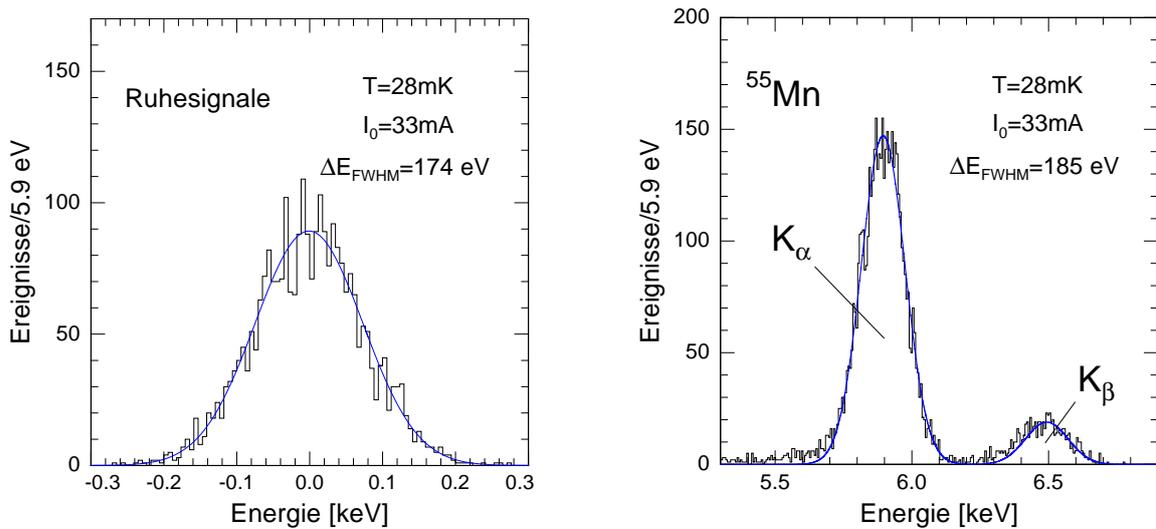
eine absolute Energieskala erfolgte auch hier anhand der Ereignisse, die der  $K_\alpha$ -Linie von  $^{55}\text{Mn}$  zugeordnet werden konnten. Das Spektrum besteht aus 24500 Einzelereignissen, die innerhalb einer Messzeit von etwa 10 Stunden aufgenommen wurden. Die mittlere Rate während der Messung betrug dabei etwa 7 Ereignisse/Sekunde. Zur Vermeidung von Mehrfachereignissen innerhalb eines aufgenommenen Zeitfensters und der damit verbundenen Degradierung der Energieauflösung wurden auch hier eine Reihe von Signalen über ein  $\chi^2$ -Kriterium verworfen (vgl. Kapitel 10.1.5). Die Zuordnung der charakteristischen Linien zu den entsprechenden Elementen erfolgte nach Tabelle 10.1. Neben den einzelnen Linienspektren erkennt man noch einen zu niedrigen Energien hin anwachsenden Untergrund. Unterhalb einer Energie von etwa 400 eV fällt dieser dann verhältnismäßig schnell auf Null ab. Grund hierfür ist die Tatsache, dass der bei der Datenaufnahme gesetzte Schwellwert für das Trigger-Signal dazu führte, dass im Spektrum unterhalb einer Energie von etwa 400 eV keine Ereignisse mehr registriert wurden. Der beobachtete Untergrund ist mit sehr großer Wahrscheinlichkeit eine Folge von Comptonstreuung innerhalb des Röntgenfluoreszenz-Targets der Röntgenquelle.



**Abbildung 10.17:** Gemessenes Energiespektrum der Fluoreszenzquelle im Energiebereich zwischen 0 keV und 7,5 keV. Die gemessenen Linien konnten den chemischen Elementen von Tabelle 10.1 zugeordnet werden.

Analog zu dem Vorgehen in Abschnitt 10.1.5 soll auch hier zunächst die Energieauflösung des Detektors anhand der zusätzlich zu den Pulsen aufgenommenen Ruhesignale bestimmt werden. Abbildung 10.18 (links) zeigt dazu die sich aus den insgesamt etwa 2800 aufgenommenen Ruhesignalen ergebende Verteilung. Die eingezeichnete Gauß-Kurve wurde an die Verteilung angepaßt und besitzt eine Halbwertsbreite von 174 eV. Die Kurve stimmt dabei gut mit der gemessenen Verteilung überein.

Wie die Betrachtungen in Abschnitt 10.1.5 gezeigt haben, spiegelt die Energieauflösung der Ruhesignale das gesamte im elektronischen Signal enthaltene Rauschen wieder. Um Einflüsse wie etwa Temperaturschwankungen zu identifizieren, die sich zwar nicht auf das elektronische Signal jedoch auf die Energieauflösung bei endlichen Energie auswirken (vgl.



**Abbildung 10.18: (links):** Verteilung der Ruhesignale bei einer Temperatur von 28 mK und einem Feldstrom von 33 mA. Zusätzlich ist eine gaußförmige Kurve eingezeichnet, die an die Daten angepaßt wurde und eine Halbwertsbreite von 174 eV besitzt. **(rechts):** Gezeigt sind hier exemplarisch die beiden Linien mit der höchsten Energien im Spektrum. Es handelt sich dabei um die  $K_{\alpha}$ - und  $K_{\beta}$ -Linie von Mangan. Die Messung erfolgte bei einem Feldstrom von 33 mA und einer Temperatur von 28 mK. Die beiden eingezeichneten gaußförmigen Kurven wurden an die  $K_{\alpha}$ - und  $K_{\beta}$ -Linie angepaßt und besitzen beide eine Halbwertsbreite von etwa 185 eV.

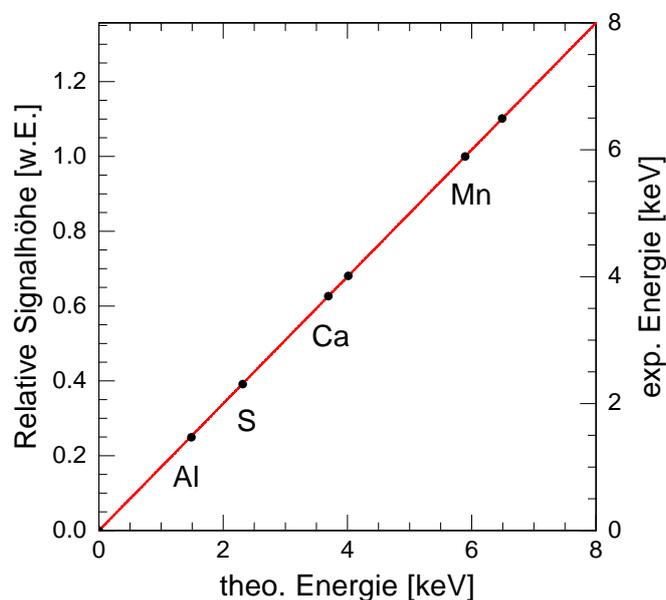
Abschnitt 10.1.5), wurden die Linienbreiten der einzelnen Linien bestimmt. Um hierbei eine Verfälschung der Energieauflösung durch den Untergrund im Spektrum auszuschließen, wurde dieser zunächst vom Spektrum abgezogen, wobei der Untergrund hierzu durch eine Gerade angenähert wurde. Abbildung 10.18 (rechts) zeigt das Resultat dieser Betrachtungen exemplarisch an der  $K_{\alpha}$  und der  $K_{\beta}$ -Linie von <sup>55</sup>Mn. Gezeigt ist hierbei ein Ausschnitt des in Abbildung 10.17 gezeigten Spektrums. Die an die beiden Linien angepaßte Kurve setzt sich aus zwei gaußförmigen Kurven mit einer Halbwertsbreite von etwa 185 eV zusammen. Ein Überblick über die für die Linien gefundenen Halbwertsbreiten und den aus den Schwerpunkten der jeweiligen Linien bestimmbaren Energien findet sich zusammen mit den erwarteten Energien in Tabelle 10.1. Ein Vergleich der Energieauflösungen der einzelnen Linien macht deutlich, dass die Energieauflösung keine systematische Abhängigkeit von der eingetragenen Energie zeigt.

Die damit für alle Linien fast gleiche Energieauflösung zeigt gegenüber der Verteilung der Ruhesignale eine leichte zusätzliche Verbreiterung. Wie im Fall des Au:Er-Aufbaus ist auch hier eine niederenergetische Schulter zu beobachten, die jedoch deutlich schwächer ausgebildet ist und vermutlich auf eine leichte Ortsabhängigkeit zurückzuführen ist. Diese erschwert es hier die gaußförmige Kurve an das gemessene Histogramm anzupassen und ist vermutlich ausschlaggebend für die beobachtete Verbreiterung, da auch hier Gaußkurven mit geringeren Linienbreiten an die rechten Flanken der Linienspektren angepaßt werden könnten. Grund für die Ortsabhängigkeit könnte hier das leichte Überlappen des Sensors

Element	Linie	$E_{\text{theo.}}$	$E_{\text{exp.}}$	$\Delta E_{\text{FWHM}}$
Al	$K_{\alpha}$	1,487 keV	1,469 keV	187 eV
S	$K_{\alpha}, K_{\beta}$	2,315 keV	2,307 keV	189 eV
Ca	$K_{\alpha}$	3,691 keV	3,693 keV	182 eV
	$K_{\beta}$	4,013 keV	4,013 keV	189 eV
Mn	$K_{\alpha}$	5,895 keV	5,895 keV	188 eV
	$K_{\beta}$	6,490 keV	6,493 keV	182 eV

**Tabelle 10.1:** Überblick über die für die einzelnen Linien des in Abbildung 10.17 gezeigte Fluoreszenzspektrums ermittelten Energien und Halbwertsbreiten. Neben diesen Werten zeigt die Tabelle noch die sich entsprechend der relativen Häufigkeiten der jeweiligen Linien ergebenden theoretisch erwarteten Energien und das zu der jeweiligen Linie zugehörige Element.

über die Mäanderfläche sein. Hierzu ist zu beachten, dass Sensorbereiche, die über die Mäanderfläche hinausragen weniger zum Signal beitragen als Sensorbereiche, die sich direkt über der Detektionsschleife befinden. Nachdem sich die im Sensor deponierte Energie während der Thermalisierung in alle Richtungen ausbreitet, kann jedoch unter Umständen bereits ein Teil der Energie zum Wärmebad abgeflossen sein, bevor ein Bereich des Sensors erreicht wird, der 'voll' zum Signal beiträgt.



**Abbildung 10.19:** Relative Signalgröße in Abhängigkeit von der eingetragenen Energie. Die Datenpunkte entsprechen dabei den einzelnen Linien, des in Abbildung 10.17 gezeigten Spektrums.

Abbildung 10.19 zeigt die relative Signalgröße in Abhängigkeit von der eingetragenen Energie, wobei die Datenpunkte hier den einzelnen in Abbildung 10.17 gezeigten Linien entsprechen. Hierbei wurde die relative Signalgröße aus dem Schwerpunkt der jeweiligen Linie ermittelt. Die Umrechnung zwischen der relativen Signalgröße und der absoluten Energieskala erfolgte wie zuvor erwähnt wurde anhand der Ereignisse, die der  $K_{\alpha}$ -Linie von  $^{55}\text{Mn}$  zugeordnet werden konnten. Demnach entspricht der Schwerpunkt der  $K_{\alpha}$ -Linie von  $^{55}\text{Mn}$  gerade einer relativen Signalamplitude von '1'. Die zusätzlich eingezeichnete

---

Linie entspricht einer Ausgleichsgeraden für die gemessenen Werte, wobei die Linie durch die Null geht. Die so bestimmbare Nichtlinearität besitzt einen Wert von  $< 1,2\%$ . Entsprechend der großen Wärmekapazität des Detektors, erwartet man für den Detektor eine Nichtlinearität in der Größenordnung von  $< 0,005\%$ . Grund für die deutlich schlechtere Linearität des Detektors ist die Tatsache, dass der während der Messung gesetzte Trigger-Schwellwert dazu führte, dass der Trigger umso später ausgelöst wurde, je kleiner der aufgenommene Puls war. In der Konsequenz wurden kleinere Pulse während der Auswertung systematisch anders behandelt wie große Pulse, was sich schließlich darin widerspiegelt, dass die Nichtlinearität zu kleinen Pulsen hin zunimmt und für die Aluminium-Linie mit etwa  $1,2\%$  maximal wird. Dies würde nahelegen, dass man die Energien der einzelnen Linien nicht aus deren Schwerpunkt ermittelt, sondern die Energien aus den Pulshöhe der zu den Linien gehörigen Pulse rekonstruiert. Während die Bestimmung des Schwerpunkts der einzelnen Linien bei der gefundenen Energieauflösung unproblematisch ist, ist die Auswahl der zu einer bestimmten Linie gehörigen Pulse jedoch mit einem Fehler behaftet, der bei der Bildung des mittleren Pulses und damit bei der Bestimmung der Energie zu einem etwa gleich großen Fehler führt.



## 11. Anwendungen

Die Charaktisierung des mit einem  $\underline{\text{Ag}}:\text{Er}$ -Sensor bestückten Detektors zielte hauptsächlich auf die Frage ab, inwieweit sich  $\underline{\text{Ag}}:\text{Er}$  als alternatives Sensormaterial eignet und welche Vor- und Nachteile es gegenüber  $\underline{\text{Au}}:\text{Er}$  besitzt. Ferner ging es um grundlegende Fragestellungen, wie etwa das niederenergetische Rauschen. Die Mikrostrukturierung der  $\underline{\text{Au}}:\text{Er}$ -Sensoren und deren thermodynamische Charakterisierung hingegen zielten vielmehr auf die in der Zukunft angestrebten Anwendungen und deren Realisierbarkeit ab. Die Mikrostrukturierbarkeit der  $\underline{\text{Au}}:\text{Er}$ -Sensoren ist dabei für alle zukünftigen Projekte, bei denen magnetische Kalorimeter eingesetzt werden sollen, von zentraler Bedeutung. Der im Rahmen dieser Arbeit vorgestellte Detektor ist von seiner Konzeption und seinem Design vielseitig einsetzbar. Im Folgenden sollen nun zwei unterschiedliche Anwendungen vorgestellt werden, die neben der in der Einleitung vorgestellten Anwendung in besonderem Maße von dem hier entwickelten Detektor profitieren könnten.

### 11.1 Absolute Aktivitätsmessung

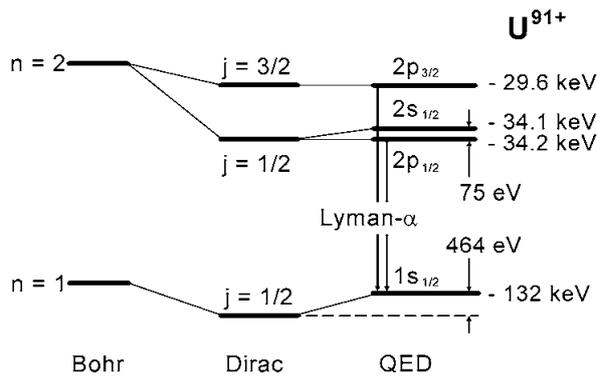
Im Bereich der Geochronologie, der therapeutischen Radiologie als auch bei der Charakterisierung von radioaktivem Abfall ist die Standardisierung der Eigenschaften langlebiger Radionuklide von zentralem Interesse.

Dies soll kurz am Beispiel der Medizin verdeutlicht werden. Im Bereich der Strahlentherapie werden hier in den letzten Jahren mit zunehmender Häufigkeit künstlich erzeugte Strahlungsquellen verwendet. Um hierbei eine möglichst lokalisierte Bestrahlung des betroffenen Gewebes zu erreichen, eignen sich hierbei  $\alpha$ - und  $\beta$ -Quellen, deren mittlere freie Weglänge im Gewebe auf einige Millimeter beschränkt ist. Um die Quelle möglichst nah an das Zielgebiet heranzubringen, werden diese oft implantiert und verweilen dort bis die Radionuklide der Quelle vollständig zerfallen sind. Bei der Herstellung der Röntgenquellen ist daher darauf zu achten, dass diese eine hohe Reinheit aufweisen, da Verunreinigungen durch langlebige Radionuklide zu Langzeitstrahlenschäden führen könnten. Die Qualitätssicherung ist hierbei nur bei einer genauen Kenntnis der Eigenschaften der langlebigen Isotope möglich. Zur Charakterisierung der Präparate wurden hierzu, trotz der begrenzten Energieauflösung und der energieabhängigen Nachweiseffizienz, bisher hauptsächlich Ionisationszähler und Flüssigszintillatoren verwendet. Um hierbei verlässliche Resultate zu erhalten, ist eine Eichung dieser notwendig, die nur durch entsprechende Standardpräparate möglich ist. Ein Vorschlag der nationalen Metrologie-Institute zielt daher darauf ab das langlebige Radionuklid  $^{36}\text{Cl}$  mit einer Endpunktenergie von 709 keV und einer Halbwertszeit von 308.000 Jahren als internationalen Standard einzuführen. Neben der Langlebigkeit bietet sich das Nuklid aufgrund des großen überstrichenen Energiebereichs an.

In [Rot06, Rot08a] wurde erstmals eine neuartige Methode vorgestellt bei der die absolute Aktivität einer  $^{36}\text{Cl}$ -Quelle mit Hilfe eines magnetischen Kalorimeters gemessen wurde. Um hierbei den gesamten Raumwinkel abdecken zu können, wurde die radioaktive Probe in das Zentrum eines kubischen aus Gold bestehenden Absorbers eingebracht. Neben der hohen Kernladungszahl von Gold war es hierbei erst durch die vergleichsweise großen Abmessungen des Absorbers möglich eine Quanteneffizienz von nahezu 100 Prozent zu erreichen. Die dazu erforderlichen Absorberwärmekapazitäten liegen typischerweise bei einer Temperatur von 20 mK bis 30 mK im Bereich von 1 nJ/K. Während die Leistungsfähigkeit des in [Rot06, Rot08a] vorgestellten Detektors hauptsächlich durch die langen Termalisierungszeiten (108 ms bei 29 mK), die Energieauflösung von 750 eV und durch den dort verwendeten Dauerstromschalter limitiert war, sind für den Detektor, der im Rahmen dieser Arbeit entwickelt wurde, deutlich bessere Resultate zu erwarten. Ausschlaggebend ist hier zum einen das verbesserte Design des Dauerstromschalters mit dem deutlich größere Ströme eingefroren werden können. Zum anderen erlaubt die Mikrostrukturierung es hier die Sensoren deutlich reproduzierbarer und ohne eine zusätzliche Klebeschicht auf die Detektionsspulen aufzubringen. Hierdurch und durch die größeren Feldströme ergibt sich innerhalb des Sensors ein deutlich größeres mittleres Magnetfeld. Dies sollte zu einem größeren Signal und damit zu einem verbesserten Signal-zu-Rauschen-Verhältnis führen. Nachdem die Absorber bisher noch mit der Hand hergestellt und mit Kleber aufgeklebt wurden, gibt es erste Ansätze, um auch die Absorber in einem letzten Schritt über ein galvanisches Verfahren aufzubringen [Lau08].

## 11.2 Messungen der Lamb-Verschiebung an wasserstoffähnlichen schweren Ionen

Bei der Lamb-Verschiebung handelt es sich um einen quantenelektrodynamischen Effekt, der im Jahre 1947 erstmals von Willis Lamb und Robert Retherford [Lam47] experimentell nachgewiesen wurde. Bei den Messungen zeigte sich, dass die Energieniveaus des Wasserstoff-Atoms kleine Abweichungen gegenüber den durch die Dirac-Theorie vorhergesagten Werten aufwiesen. Die Verschiebung ist dabei auf die Wechselwirkung des Elektrons mit seinem eigenen Strahlungsfeld zurückzuführen und kann heute mit Hilfe der Quantenelektrodynamik (QED) für das Wasserstoffatom mit großer Präzision theoretisch berechnet werden. Während die theoretischen Vorhersagen der QED dieses für Wasserstoff und für wasserstoffähnliche Ionen auftretenden Effektes auch für andere leichte Systeme bereits mit hoher Präzision bestätigt wurden, ist die Richtigkeit dieser Korrekturen für schwere Ionen noch nicht vollständig geklärt. Grund hierfür ist die Tatsache, dass die für leichte Systeme vernachlässigbaren Terme höherer Ordnung mit größerer Kernladungszahl  $Z$  stark an Bedeutung gewinnen und in der Rechnung nicht mehr vernachlässigt werden können. Zudem kann nicht ausgeschlossen werden, dass die im Fall hochgeladener wasserstoffähnlicher Ionen auftretenden wesentlich stärkeren elektrischen Felder im Bereich von  $10^{16}$  V/cm zu neuen Effekten führen, die durch die QED nicht beschrieben werden können. Die Bestim-



**Abbildung 11.1:** Energieschema für wasserstoffähnliches  $U^{91+}$  für die unterschiedlichen Atom-Modelle (aus [Ege05]). Die rechts daneben angegebenen Werte entsprechen den Bindungsenergien der Niveaus.

Die Messung der Lamb-Verschiebung in wasserstoffähnlichen schweren Ionen ermöglicht somit eine hochempfindliche Überprüfung der QED in sehr starken elektrischen Feldern.

Die Lamb-Verschiebung des  $1s$ -Zustands schwerer wasserstoffähnlicher Ionen lässt sich z.B. bestimmen, indem man die Übergangsenergien der Lyman- $\alpha$ -Übergänge misst. Ausgehend davon, dass die Energieeigenwerte der  $2p$ -Zustände exakt berechnet werden können, vergleicht man dazu die Übergangsenergien mit dem Energie-Eigenwert, der sich mit der Dirac-Theorie für den  $1s$ -Zustand eines punktförmigen Kerns ergibt. Messungen dieser Art werden bei der Gesellschaft für Schwerionenforschung (GSI) in Darmstadt an wasserstoffähnlichem Uran durchgeführt [Ege05], wobei die Beschleunigung, Speicherung und Kühlung der hochgeladenen Uran-Ionen hierbei in dem sogenannten Experimentierspeicherring (ESR) erfolgt. Für die Messung lässt man die typischerweise bei einer Geschwindigkeit von etwa  $0,3c$  gespeicherten  $U^{92+}$ -Ionen mit einem internen Gas-Target wechselwirken, wobei es zu einem Einfang eines Elektrons und damit zu einer Rekombination zu  $U^{91+}$  kommen kann. Beim Übergang des Elektrons von höher gelegenen Energieniveaus zu niedrigeren Energieniveaus gibt das Elektron hierbei die freiwerdende Energie in Form von Fluoreszenz-Röntgenquanten ab. Die Energie dieser Photonen entspricht dann gerade der Differenz der Bindungsenergien der beiden Zustände und erlaubt so indirekt Rückschlüsse auf die Lamb-Verschiebung.

Abbildung 11.1 zeigt das Energieschema für wasserstoffähnliches  $U^{91+}$  für die unterschiedlichen Atom-Modelle. Die rechts daneben gezeigten Werte geben die Bindungsenergien der jeweiligen Niveaus an. Mit einer Bindungsenergie von  $-132 \text{ keV}$  für den  $1s$ -Zustand im Fall von  $U^{91+}$  ergeben sich für die Lyman- $\alpha$ -Übergänge Energien im Bereich von etwa  $100 \text{ keV}$ . Die Lamb-Verschiebung nimmt mit wachsender Hauptquantenzahl  $n$  proportional zu  $n^{-3}$  ab. Nachdem sich die Wechselwirkung des Elektrons mit seinem eigenen Strahlungsfeld gerade bei kleinen Abständen zwischen den betrachteten elektrischen Ladungen bemerkbar macht, wirkt sich dieser Effekt bei gleicher Hauptquantenzahl  $n$  deutlich stärker auf die Bindung von  $s$ -Zuständen aus als auf die  $p$ -Zustände, da nur die  $s$ -Elektronen eine endliche Aufenthaltswahrscheinlichkeit bei  $r = 0$  haben.

Das bisher beste Resultat für die Lamb-Verschiebung des  $1s$ -Zustands von  $U^{91+}$  wurde mit Germanium-Halbleiter-Detektoren erzielt, wobei sich hierbei für die Lamb-Verschiebung des Grundzustandes ein Wert von  $460,2 \pm 4,6 \text{ eV}$  ergab. Hierbei wurde davon ausgegan-

gen, dass die Energien der 2p-Zustände exakt berechenbar sind. Der dabei beobachtbare experimentelle Fehler ist eine Folge der mit  $\Delta E \geq 500$  eV verhältnismäßig schlechten Energieauflösung der Germanium-Ionisations-Detektoren. Um die Übergangsenergie im Bereich von etwa 100 keV aus dem Schwerpunkt der entsprechenden Linie mit einer Genauigkeit von  $\delta E < 1$  eV bestimmen zu können, sind dagegen Energieauflösungen im Bereich von  $\Delta E \leq 50$ -100 eV notwendig, die durch den Einsatz magnetischer Kalorimeter erreicht werden können. Nachdem die Photonenrate in den Experimenten klein ist und die emittierten Photonen zugleich auch noch isotrop in alle Raumrichtungen emittiert werden, sollte der Detektor zum einen über eine vergleichsweise große Detektionsfläche verfügen. Zum anderen sollte bei der Wahl des Absorbermaterials und der Absorberdicke gleichzeitig darauf geachtet werden, dass die Nachweiswahrscheinlichkeit für die sich im Bereich von 100 keV bewegenden Röntgenquanten möglichst groß ist.

Der im Rahmen dieser Arbeit entwickelte und mit einem Au:Er-Sensor ausgestattete Detektor zeichnet sich dadurch aus, dass er für große Absorberwärmekapazitäten von etwa 1 nJ/K bei einer Temperatur von 20 mK optimiert wurde. Die Betrachtungen in Kapitel 4.5 zeigen, dass im Fall höherer Temperaturen, das gesamte Design des Detektors, inklusive aller Abmessungen (Absorber, Sensor und Detektionsspulen) beibehalten werden kann ohne die Optimierungsbedingungen aufgeben zu müssen. Lediglich die Erbium-Konzentration der aufgebrachten Sensoren und der im Mäander präparierte Dauerstrom müssen entsprechend der in Tabelle 4.2 angegebenen Optimierungsbedingungen angepasst werden. Ausgehend von der Wärmekapazität bei 20 mK für die der Detektor optimiert wurde, könnte der Detektor mit einem 200  $\mu\text{m}$  dicken Gold-Absorber mit einer Detektionsfläche von 4 mm<sup>2</sup> ausgestattet werden, wobei dieses Absorbervolumen bei höheren Temperaturen entsprechend beibehalten werden kann. Die Detektionswahrscheinlichkeit für Röntgenquanten mit einer Energie von 100 keV beträgt für diese Absorberdicke 85 %. Um mit dieser Art von Detektor die geforderten Detektionsflächen erreichen zu können, müssen mehrere dieser Detektoren neben- und untereinander angeordnet werden. Auch hier ist die Mikrostrukturierung der Detektoren eine wichtige Voraussetzung für die Realisierbarkeit. Denn nur so kann eine hohe Reproduzierbarkeit der Detektoren garantiert werden, die für die Experimente erforderlich ist. Eine Herausforderung stellt hier noch die Herstellung der mit etwa 200  $\mu\text{m}$  verhältnismäßig dicken Absorber dar, da hier die übliche Kathodenzerstäubung und das thermische Verdampfen aufgrund des großen Materialverlustes ausscheiden. Versuche die Absorber über ein galvanisches Verfahren aufzubringen zeigen jedoch vielversprechende Ergebnisse. Ein erster Prototyp eines solchen Detektors findet sich in [Pie08]. Aufbauend auf den Ergebnissen dieser Arbeit im Bereich der Mikrostrukturierung konnte dort ein Detektorprototyp aufgebaut werden, der aus vier unabhängigen gradiometrisch aufgebauten Kalorimetern besteht, die zusammen eine effektive Detektionsfläche von 8 mm<sup>2</sup> besitzen und ein lineares Array aus acht Pixeln bilden. Das Design der einzelnen unabhängigen gradiometrischen Detektoren orientiert sich dabei an dem im Rahmen dieser Arbeit entwickelten Detektor. Nachdem sich die in einem letzten Schritt aufgebrachten Absorber leider wieder ablösten, wurden die dort präsentierten Messungen jedoch noch ohne Absorber durchgeführt.

## 12. Zusammenfassung und Ausblick

Im Rahmen dieser Arbeit wurden großflächige Detektoren entwickelt und charakterisiert, die auf dem Prinzip magnetischer Kalorimeter basieren. Die Auslesegeometrie und Dimensionierung der beiden hier diskutierten Detektoren wurden im Hinblick auf Anwendungen optimiert, die vergleichsweise große Absorberwärmekapazitäten im Bereich von  $1 \text{ nJ/K}$  bei einer Temperatur von  $20 \text{ mK}$  benötigen. Mögliche Anwendungen sind beispielsweise Messungen der absoluten Aktivität radioaktiver Isotope, die Untersuchung der Dissoziativen Rekombination und die Untersuchung der Lamb-Verschiebung wasserstoffähnlicher schwerer Ionen. Die Detektoren bestehen aus zwei auf einem Saphirsubstrat mikrostrukturieren mäanderförmigen Detektionsspulen und einem darauf aufgebracht paramagnetischen Sensor. Zum Auslesen der durch einen Energieeintrag hervorgerufenen Magnetisierungsänderung des Sensormaterials dient ein SQUID-Magnetometer. Die mäanderförmigen Detektionsspulen besitzen eine Strukturbreite von  $5 \mu\text{m}$  und eine Fläche von  $1 \text{ mm} \times 1 \text{ mm}$ . Die beiden diskutierten Detektoren unterschieden sich zum einen in der Wahl des Sensormaterials und zum anderen in der Art und Weise wie der jeweilige Sensor aufgebracht wurde. Während der  $7,25 \mu\text{m}$  dicke Sensor des einen Detektors aus Ag:Er bestand, eine Erbium-Konzentration von  $1260 \text{ ppm}$  besaß und auf eine der beiden Detektionsspule aufgeklebt wurde, handelte es sich bei dem Sensor des zweiten Detektors um einen  $3,5 \mu\text{m}$  dicken Au:Er-Sensor mit einer Erbium-Konzentration von  $780 \text{ ppm}$ , der erstmals über einen im Rahmen dieser Arbeit neu etablierten Mikrostrukturierungsprozess aufgebracht werden konnte. Die Untersuchungen des mit einem Au:Er-Sensor bestückten Detektors zielten hierbei auf die Mikrostrukturierbarkeit und die Untersuchung der thermodynamischen Eigenschaften der so aufgetragenen Au:Er-Sensoren ab. Im Gegensatz dazu dienten die Untersuchungen an dem mit einem Ag:Er-Sensor bestückten Detektor der Klärung der Frage welche Vor- und Nachteile Ag:Er-Legierungen gegenüber dem bisher verwendeten Au:Er besitzen und inwieweit sie sich als alternatives Sensormaterial eignen.

Wie in den letzten Jahren eindrucksvoll gezeigt werden konnte, wurden mit magnetischen Kalorimetern für Röntgenquanten bis etwa  $10 \text{ keV}$  Energieauflösungen im Bereich weniger eV erreicht. Dies macht magnetische Kalorimeter für eine Vielzahl von Anwendungen bei denen Röntgenquanten oder hochenergetische Teilchen detektiert werden sollen zu einem vielversprechenden und leistungsfähigen Detektorkonzept. Die Strukturen der einzelnen Detektorkomponenten eines magnetischen Kalorimeters bewegen sich typischerweise im Bereich weniger Mikrometer. Um diese Strukturen reproduzierbar herstellen zu können, sind daher Mikrostrukturierungsverfahren vorteilhaft. Die durch eine konsequente Mikrostrukturierung erreichbare erhöhte Zuverlässigkeit und bessere Handhabbarkeit bei der Herstellung sind insbesondere wichtige Voraussetzungen für die Realisierung von Detektorarrays.

Ein Schwerpunkt dieser Arbeit zielte daher auf die vollständige Mikrostrukturierbarkeit

magnetischer Kalorimeter ab. Dazu wurde ein Mikrostrukturierungsschritt etabliert, der es erlaubt, neben den Detektionsspulen erstmals auch den etwa  $3,5 \mu\text{m}$  dicken AuEr-Sensor in einem letzten Schritt aufzubringen. Neben der zuverlässigen Mikrostrukturierbarkeit des Sensors ist es jedoch zudem wichtig, dass die aufgesputterten AuEr-Filme nach Möglichkeit die gleichen thermodynamischen Eigenschaften aufweisen wie das Vollmaterial Au:Er. Um dies zu überprüfen, wurden eine Reihe von Messungen zur Charakterisierung des Sensormaterials durchgeführt. Es konnte hier unter anderem gezeigt werden, dass die Magnetisierung der aufgesputterten Au:Er-Filme im Temperaturbereich zwischen 22 mK und 330 K, abgesehen von einer etwas kleineren RKKY-Wechselwirkung, erstmals die gleichen Eigenschaften zeigt wie das Vollmaterial Au:Er. Dahingegen weicht die theoretisch vorhergesagte Signalgröße jedoch noch um etwa 15 % bei hohen Temperaturen und 35 % bei den tiefen Temperaturen von den gemessenen Werten ab. Der Sensor des hier diskutierten Detektors diente gleichzeitig als Absorber. Nachdem die Sensordicke mit  $3,5 \mu\text{m}$  im Vergleich zu der Absorptionslänge der detektierten Röntgenquanten mit einer Energie im Bereich von 6 keV verhältnismäßig dünn war, könnte die reduzierte Signalthöhe hier eine Folge eines Verlusts athermischer Phononen sein, die in einer frühen Phase der Thermalisierung an das Wärmebad 'verloren' gehen. Durch die Verwendung eines Absorbers sollte dies in zukünftigen Messungen umgangen werden können. Gleichzeitig kann jedoch nicht ausgeschlossen werden, dass die gegenüber dem Vollmaterial vermutlich veränderte Morphologie der Au:Er-Filme Grund für die reduzierte Signalgröße ist. Sollte sich dies bewahrheiten so könnte ein nachträgliches Tempern der aufgesputterten Au:Er-Filme oder eine erhöhte Substrattemperatur beim Sputtern Abhilfe schaffen.

Das Sputter-Target, das zum Aufbringen der Au:Er-Filme zur Verfügung stand, besaß eine natürliche Erbium-Isotopenzusammensetzung. Entsprechend wurde die Hyperfeinwechselwirkung der mit 22,9 % verhältnismäßig häufig vorkommenden  $^{167}\text{Er}$ , inklusive der Wechselwirkung zwischen diesen, bei den theoretischen Berechnungen der thermodynamischen Eigenschaften mit berücksichtigt.

Ein wichtiger Aspekt, der neben der Energieauflösung die Leistungsfähigkeit des Detektors maßgeblich bestimmt, ist das Thermalisierungsverhalten des Detektors. Dieses bestimmt die Rate von Ereignissen, die mit dem Detektor noch ohne Einbußen der Energieauflösung nachgewiesen werden kann. Um die Thermalisierungszeiten zu verkürzen, wurde der Detektor mit Gold-Drähten zusätzlich an das Wärmebad angekoppelt. Hierdurch konnte die Thermalisierungszeit um mehr als einen Faktor vier reduziert werden. Eine detaillierte Untersuchung der Wärmeleitfähigkeit zwischen Sensor und Wärmebad zeigt dabei, dass diese mit den theoretischen Erwartungen übereinstimmt und hierbei maßgeblich durch die zusammen mit den Sensoren aufgebrachten Thermalisierungsstege bestimmt wurde.

Zur Charakterisierung des Detektors wurde ein Energiespektrum der verwendeten  $^{55}\text{Fe}$ -Röntgenquelle aufgenommen, wobei die Rate hier bei etwa 180 Ereignissen pro Sekunde lag. Die aus der Breite und der Form der  $K_\alpha$ - und  $K_\beta$ -Linie bestimmte Energieauflösung hatte einen Wert von  $\Delta E_{\text{FWHM}} = 182 \text{ eV}$  bei 5,9 keV. Beide Linien wiesen eine niederenergeti-

sche Schulter auf. Die niederenergetische Schulter wird mit sehr großer Wahrscheinlichkeit durch eine Positionsabhängigkeit des Detektorsignals hervorgerufen, die vermutlich eine Folge der zusätzlichen thermischen Ankopplung des Sensors an das Wärmebad ist und in Zukunft durch die Verwendung eines Absorbers vermieden werden kann. Theoretische Betrachtungen zeigen, dass sich die Energieauflösung des Detektors in zukünftigen Messungen durch die Verwendung eines Gold-Absorbers und einer verbesserten Temperaturstabilisierung auf einen Wert von 25 eV reduzieren lassen sollte.

Der zweite Schwerpunkt der Arbeit lag auf der Untersuchung des Materials Ag:Er. Hierzu wurde ein sonst baugleicher Detektor mit einem Ag:Er-Sensor bestückt und charakterisiert.

Silber besitzt wie Gold eine fcc-Kristallstruktur mit einer Gitterkonstante von 4,08 Å. Außerdem zeigen die in Silber eingebrachten Erbium-Ionen nahezu die gleiche Kristallfeldaufspaltung wie in Gold. Solange die Wechselwirkungen zwischen den magnetischen Momenten der Erbium-Ionen vernachlässigt werden, ist daher bei der thermodynamischen Beschreibung keine Unterscheidung zwischen Au:Er und Ag:Er notwendig. Für eine quantitative Beschreibung ist es jedoch notwendig die RKKY-Wechselwirkung und die Dipol-Dipol-Wechselwirkung in das zur Beschreibung verwendete Modell zu integrieren. Messungen der Magnetisierung und der Signalgröße zeigen, dass sich die beste Übereinstimmung mit der Theorie ergibt, wenn man für die Stärke der RKKY-Wechselwirkung von einem Wechselwirkungsparameter von  $\alpha = 15$  ausgeht. Aus ESR-Messungen ergibt sich für  $\alpha$  ein Wert, der innerhalb der Fehlergrenzen zwischen 6,4 und 13,7 liegen kann. Die Ag:Er-Legierung zeigt mit  $\alpha = 15$  einen dreimal größeren Wert als im Fall des Vollmaterials Au:Er. Bedingt durch den größeren Wechselwirkungsparameter ergeben sich bei tiefen Temperaturen geringere Signalgrößen als im Fall von Au:Er. Für einen exakt identisch aufgebauten Detektor bei dem man lediglich den Ag:Er-Sensor durch einen gleich großen aus Au:Er-Vollmaterial bestehenden Sensor mit der gleichen Konzentration ersetzt, erwartet man bei einer Temperatur von ca. 30 mK ein etwa 1,4-mal größeres Signal. Dabei wird davon ausgegangen, dass für beide Anordnungen jeweils ein Dauerstrom gewählt wurde der die Signalgröße maximiert.

Bisherige Messungen weisen darauf hin, dass das Kernquadrupolmoment von Gold in den standarmäßig verwendeten Au:Er-Legierungen zu einem zusätzlichen thermodynamischen System führt. Die hiermit verbundene Wärmekapazität ist eine Erklärung für den bei den detektierten Pulsen beobachteten zusätzlichen schnellen Relaxationsprozess. In seiner natürlichen Isotopenzusammensetzung, setzt sich Silber zu 51,8 % aus dem Isotop  $^{107}\text{Ag}$  und zu 48,2 % aus dem Isotop  $^{109}\text{Ag}$  zusammen. Nachdem diese beiden Isotope einen Kernspin von  $I = 1/2$  besitzen und damit kein Kernquadrupolmoment tragen, sollte dieser zusätzliche Relaxationsprozess bei Messungen an Ag:Er-Legierungen nicht beobachtet werden. Messungen dieser Art stellen damit eine Möglichkeit dar, diese These zu überprüfen. In der Tat zeigen die Messungen an dem mit einem Ag:Er-Sensor bestückten Detektor keinen zusätzlichen schnellen Relaxationsprozess, wodurch die These noch einmal bestätigt wird. Da jedes thermodynamische System gleichzeitig mit zusätzlichen Energiefluktuationen

nen verbunden ist, stellt Ag:Er hinsichtlich des nicht vorhandenen Kernquadrupolmoments eine attraktive Alternative zu Au:Er dar.

Alle Messungen mit Au:Er-Legierungen zeigen ein bislang noch ungeklärtes  $1/f$ -Rauschen, das die erreichbare Energieauflösung magnetischer Kalorimeter nennenswert degradiert. Die bisherigen Beobachtungen legen die Vermutung nahe, dass dieses niederfrequente Rauschen durch die verwendeten Au:Er-Sensoren hervorgerufen wird. Die Abhängigkeit dieses Rauschanteils von der Konzentration legt dabei die Vermutung nahe, dass Fluktuationen der magnetischen Momente oder aber Wechselwirkungen der magnetischen Momente mit den Kernquadrupolmomenten von Gold hier eine entscheidende Rolle spielen. Um weitere Hinweise auf die Natur dieses Rauschens zu erhalten, wurden die Rauschmessungen der beiden hier untersuchten Detektoren hinsichtlich des niederfrequenten Rauschens miteinander verglichen. Die experimentellen Ergebnisse lassen dabei zwei Interpretationen zu. Entweder wird der hier beobachtete niederfrequente Anstieg durch einen bislang noch unbekanntem Effekt im Mäander bzw. dem Substrat verursacht, der für beide Detektoren gleich ist und den bisher beobachteten niederfrequenten Anstieg gänzlich überdeckt. Oder aber der auf ein Erbium-Ion bezogene niederfrequente Rauschanteil hat für Ag:Er und Au:Er den gleichen Wert. Eine Messung des niederfrequenten Anstiegs mit dem hier verwendeten Detektorchip jedoch ohne Sensor könnte hier Klarheit schaffen. Sollte sich hierbei herausstellen, dass Ag:Er und Au:Er den gleichen niederfrequenten Beitrag liefern, so würde dies Wechselwirkungen zwischen den Erbium-Ionen und den Kernquadrupolmomenten als mögliche Ursache ausschließen, da Silber kein Kernquadrupolmoment trägt.

Zur Charakterisierung des mit einem Ag:Er-Sensor versehenen Detektors wurde eine Fluoreszenzquelle verwendet, wobei die Rate bei den Messungen bei etwa 7 Ereignissen pro Sekunde lag. Die Linien des Spektrums besaßen dabei Energien im Bereich zwischen 1,5 keV und 6,5 keV. Die aus der Breite und der Form der einzelnen Linien bestimmte Energieauflösung zeigte keine Abhängigkeit von der eingetragenen Energie und hatte für alle Linien einen Wert von etwa  $\Delta E_{\text{FWHM}} \approx 185$  eV. Die Thermalisierungszeiten dieses Detektors waren deutlich länger und wurde hier durch den Grenzflächenwiderstand zwischen dem Sensor und dem Saphirsubstrat bestimmt.

Mit der Mikrostrukturierung der Au:Er-Sensoren und der Tatsache, dass die thermodynamischen Eigenschaften der so aufgebrauchten Au:Er-Sensoren sehr vielversprechende Resultate zeigen, wurde ein sehr großer Schritt in Richtung großflächiger Detektorarrays gemacht. Die ersten Erfolge im Bereich der Entwicklung angepasster Multiplexing-Verfahren für die Auslesung der Detektoren und die Tatsache, dass bereits erste Absorber in einem Mikrofabrikationsverfahren hergestellt werden konnten, lassen hoffen, dass schon in sehr naher Zukunft erste großflächige Detektorarrays für die vielfältigen Anwendungsmöglichkeiten magnetischer Kalorimeter zur Verfügung stehen werden.

## Literaturverzeichnis

- [Abr70] A. Abragam, B. Bleaney, *Electron Paramagnetic Resonance of Transition Metals*, Clarendon Press, Oxford, 1970
- [Ara66] S. Arajs, G.R. Dummyre, *A Search For Low Tempertaure Anomalies In The Electrical Resistivity Of Dilute Gold-Erbium Alloys*, *J. Less-Common Metals*, **10**, 220, 1966
- [Ash76] N.W. Ashcorft, N.D. Mermin, *Solid State Physics*, Saunders College Publishing, ISBN: 0-03-049346-3, 1976
- [Ban93] S.R. Bandler, C. Enss, R.E. Lanou, H.J. Maris, T. More, F.S. Porter, G.M. Seidel, *Metallic Magnetic Bolometers for Particle Detection*, *J. Low Temp. Phys.*, **93**(3/4), 709-714 (1993)
- [Bur04] A. Burck, *Entwicklung großflächiger magnetischer Kalorimeter zur energieaufgelösten Detektion von Röntgenquanten und hochenergetischen Teilchen*, Diplomarbeit, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2004
- [Bur07] A. Burck, S. Kempf, S. Schäfer, H. Rotzinger, M. Rodrigues, T. Wolf, L. Gastaldo, A. Fleischmann, C. Enss, *Microstructured Magnetic Calorimeter with Meander-Shaped Pickup Coil*, *J. Low Temp. Phys.*, **151**(1/2),337-344, 2007
- [Cla04] J. Clarke, A.I. Braginski, *The SQUID Handbook: Fundamentals and Technology*, Wiley-VCH, ISBN: 978-3527402298, 2004
- [Dan05] T. Daniyarov, *Metallische magnetische Kalorimeter zum hochauflösenden Nachweis von Röntgenquanten und hochenergetischen Molekülen*, Dissertation, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2005
- [Dav73] D. Davidov, C. Rettori, A. Dixon, K. Baberschke, E.P. Chock, R. Orbach, *Christaline-Field Effects in the Electron-Spin Resonance of Rare Earths in the Noble Metals*, *Phys. Rev. B*, **8**(8), 3563-3568, 1973
- [Dru03] D. Drung, M. Mück, *SQUID-Electronics*, in J. Clarke und A.I. Braginski (Ed.), *The SQUID Handbook: Fundamentals and Technology*, Wiley-VCH, ISBN: 978-3527402298, 2004
- [Dru06] D. Drung, C. Hinnrichs, H. Barthelmess, *Low-noise ultra-high-speed dc SQUID readout electronics*, *Supercond. Sci. Technol.* **19**, S235-S241, 2006

- [Dru07] D. Drung, C. Aßmann, J. Beyer, A. Kirste, M. Peters, F. Ruede, Th. Schurig, *Highly sensitive and easy-to-use SQUID sensors*, IEEE Trans. Appl. Supercond. **17** (2) Part 1, 699-704, ISSN: 1051-8223, 2007
- [Ebi63] Y. Ebina, Rep. Res. Inst. Electr. Commun. Tohoku Univ. **15**, 47, 1963
- [Ege05] P. Egelhof, S. Kraft-Bermuth, *Heavy Ion Physics*, in Chr. Enss (Ed.): *Cryogenic Particle Detection*, Topics Appl. Phys. **99**, 469-500, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, ISBN: 3-540-20113-0, 2005
- [Ens00] C. Enss, A. Fleischmann, K. Horst, J. Schönefeld, J. Sollner, J.S. Adams, Y.H. Huang, Y.H. Kim, G.M. Seidel *Metallic Magnetic Calorimeters for Particle Detection*, J. Low Temp. Phys., **121**(3/4), 137-176, 2000
- [Ens05] C. Enss, S. Hunklinger, *Low-Temperature Physics*, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, New York, ISBN 3-540-23164-1, 2005
- [Fle98] A. Fleischmann, *Hochauflösendes magnetisches Kalorimeter zur Detektion von einzelnen Röntgenquanten*, Diplomarbeit, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 1998
- [Fle00] A. Fleischmann, J. Schönefeld, J. Sollner, C. Enss, J.S. Adams, S.R. Bandler, Y.H. Kim, G.M. Seidel, *Low Temperature Properties of Erbium in Gold*, J. Low Temp. Phys., **118**(1/2),7-20, 2000
- [Fle03] A. Fleischmann, *Magnetische Mikrokalorimeter: Hochauflösende Röntgenspektroskopie mit energiedispersiven Detektoren*, Dissertation, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2003
- [Fle05] A. Fleischmann, C. Enss, G.M. Seidel, *Metallic Magnetic Calorimeters*, in Chr. Enss (Ed.): *Cryogenic Particle Detection*, Topics Appl. Phys. **99**, 151-216, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, ISBN: 3-540-20113-0, 2005
- [Foi76] C.L. Foiles, *Comments on the magnetic susceptibility of silver*, Phys. Rev. B, **13**(12), 5606-5609, 1976
- [Fra76] S. Fraga, *Handbook of Atomic Data*, Elsevier Scientific Publishing Company, Amsterdam, ISBN: 0-444-41461-4, 1976
- [Gör01] T.Görlach, *Untersuchung paramagnetischer Legierungen für magnetische Tieftemperatur-Kalorimeter*, Diplomarbeit, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2001
- [Hah92] W. Hahn, M. Loewenhaupt, B. Frick, *Crystal field excitations in dilute rare earth noble metal alloys*, Physica B, **180&181**, 176, 1992

- 
- [Har68] J.T. Harding, J.E. Zimmermann, *Quantum Interference Magnetometry And Thermal Noise From A Conducting Environment*, Phys. Lett., **27 A** (10), 670-671, 1968
- [Hau06] D. Haug, *Entwicklung eines magnetischen Kalorimeters zur Neutrinomassenbestimmung aus dem Endpunkt des  $\beta$ -Spektrums von  $^{187}\text{Re}$* , Diplomarbeit, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2006
- [Her00] T. Herrmannsdörfer, R. König, C. Enss, *Properties of Er-doped Au at ultralow temperatures*, Physica B, **284-288**, 1698-1699, 2000
- [Höl97] G. Hölzer, M. Fritsch, M. Deutsch, J. Hartwig, E. Forster,  *$K_{\alpha 1,2}$  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  $^{166}\text{Er}$ -dotiertem Gold*, Diplomarbeit, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 1999
- [Jos62] B.D. Josephson, *Possible new effects in superconductive tunnelling*, Phys. Lett., **1**, 251, 1962
- [Jos65] B.D. Josephson, *Supercurrents through barriers*, Adv. Phys, **14**, 419, 1965
- [Kem07] S. Kempf, *Entwicklung eines vollständig mikrostrukturierten metallisch magnetischen Kalorimeters*, Diplomarbeit, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2007
- [Lam47] W. Lamb, R. 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  $\beta$ -Spectroscopy*, Diplomarbeit, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2008
- [Lea62] K.R. Lea M.J.M. Leask, W.P. Wolf, *The Raising Of Angular Momentum Degeneracy Of f-Elektron Terms By Cubic Crystal Fields*, J. Phys. Chem. Solids, **23**, 1381-1405, 1962
- [Lid03] D.R. Lide, *CRC Handbook of Chemistry and Physics*, CRC Press, 2003-2004
- [Lin07] M. Linck, *Entwicklung eines metallischen magnetischen Kalorimeters für die hochauflösende Röntgenspektroskopie*, Dissertation, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2007
- [Lon50] F. London, *Suprafluids*, Wiley, New York, 1950
- [Mar73] D.L. Martin, *Specific Heat of Copper, Silver, and Gold below 30° K*, Phys. Rev. B, **8**(12), 5357-5360, 1973

- [Men05] W. Menz, J. Mohr, O. Paul *Mikrosystemtechnik für Ingenieure*, Wiley-VCH, Weinheim, ISBN: 978-3-527-30536-0, 2005
- [Mos84] S.H. Moseley, J.C. Mather, D. McCammon, *Thermal detectors as x-ray spectrometers*, J. Appl. Phys. **56**(5), 1257-1262, 1984
- [Pie08] C. Pies, *Entwicklung eines Detektor-Arrays basierend auf magnetischen Kalorimetern für die hochaufgelöste Röntgenspektroskopie an hochgeladenen Ionen*, Diplomarbeit, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2008
- [Pob07] F. Pobell, *Matter and Methods at Low Temperatures*, Springer Verlag, Berlin, Heidelberg, New York, ISBN: 3-540-46356-9, 2007
- [Por07] J.P. Porst, *Towards MARE: Development of a Metallic Magnetic Calorimeter with Superconducting Rhenium Absorber*, Diplomarbeit, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2007
- [Ret73] C. Rettori, D. Davidov, H.M. Kim, *Crystaline-Field Effects in the EPR of Er in Various Cubic Metals*, Phys. Rev. B, **8**(11), 5335-5337, 1973
- [Rot06] H. Rotzinger, *Entwicklung magnetischer Mikrokalorimeter für die hochauflösende Spektroskopie des  $\beta$ -Emitters  $^{36}\text{Cl}$* , Dissertation, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2006
- [Rot08] H. Rotzinger, J. Adams, S.R. Bandler, J. Beyer, H. Eguchi, E. Figueroa-Feliciano, W. Hsieh, G.M. Seidel, T. Stevenson *Performance of Micro-fabricated Magnetic Calorimeters Arrays for X-Ray Spectroscopy*, J. Low Temp. Phys., **151**(1/2), 351-356, 2008
- [Rot08a] H. Rotzinger, M. Linck, A. Burck, M. Rodrigues, M. Loidl, E. Leblanc, L. Fleischmann, A. Fleischmann, C. Enss *Beta Spectrometry with Magnetic Calorimeters*, J. Low Temp. Phys., **151**(2/2), 1087-1093, 2008
- [Sch00] J. Schönefeld, *Entwicklung eines mikrostrukturierten magnetischen Tieftemperatur-Kalorimeters zum hochauflösenden Nachweis von einzelnen Röntgenquanten*, Dissertation, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2000
- [Sjö75] M.E. Sjöstrand, G. Seidel, *Hyperfine resonance properties of  $\text{Er}^{3+}$  in Au*, Phys. Rev. B, **11**(9), 3292-3297, 1975
- [Swa89] E.T. Swartz, R.O. Pohl, *Thermal boundary resistance*, Rev. Mod. Phys., **61**(3), 605-668, 1989
- [Tao71] L.J. Tao, D. Davidov, R. Orbach, E.P. Chock, *Hyperfine Splitting of Er and Yb Resonance in Au: A Separation between the Atomic and Covalent Contributions to the Exchange Integral*, Phys. Rev. B, **4**(1), 5-9, 1971

- [Tes77] C.D. Tesche, J. Clarke, *DC SQUID: noise and optimization*, J. Low Temp. Phys., **29**(3-4), 301, 1977
- [Wal77] L.R. Walker, R.E. Walstedt, *Computer Model of Metallic Spin-Glasses*, Phys. Rev. Lett., **38**(9), 514-518, 1977
- [Wal80] L.R. Walker, R.E. Walstedt, *Computer Model of metallic spin-glasses*, Phys. Rev. B, **22**(8), 3816-3841, 1980
- [Web91] A. Weber, *Erzeugung von Oberflächenwellen auf Silizium mit Zinkoxid-Filmen*, Dissertation, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 1991
- [Wei96] H. Weinstock, *SQUID Sensors: Fundamentals, Fabrication and Applications*, Kluwer Academic Publishers, Niederlande, ISBN: 0792343506, 1996
- [Wil69] G. Williams, L.L. Hirst, *Crystal-Field Effects in Solid Solutions of Rare Earths in Noble Metals*, Phys. Rev., **185**(2), 407-414, 1969
- [Zin06] B.L. Zink, K.D. Irwin, G.C. Hilton, J.N. Ullom, D.P. Pappas, *Erbium-doped gold sensor films for magnetic microcalorimeter x-ray detectors*, J. Appl. Phys., **99**, 08B303, 2006



# Danksagung

Abschließend möchte ich mich noch bei all denen bedanken, die auf direkte oder indirekte Weise zum Gelingen meiner Arbeit beigetragen haben. Mein besonderer Dank gilt:

- Herrn Prof. Dr. Christian Enss für die sehr nette Aufnahme in seiner Arbeitsgruppe und die Möglichkeit diese Arbeit durchführen zu können. Bedanken möchte ich mich auch für die wertvollen Hinweise und Ratschläge, die immer wieder neue Ideen hervorgebracht haben und so maßgeblich zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben.
- Herrn Prof. Dr. Heinz Horner für die freundliche Übernahme des Zweitgutachtens dieser Arbeit.
- Herrn Prof. Dr. Siegfried Hunklinger, für die freundliche Aufnahme in die Arbeitsgruppe zu Beginn meiner Diplomarbeit.
- Andreas und Loredana Fleischmann, die mit ihrer Hilfsbereitschaft, viel Engagement und zahlreichen Ideen immer wieder halfen die experimentellen Zielsetzungen umzusetzen. Durch die zahlreichen Diskussionen konnte schließlich wieder ein bißchen mehr von dem geklärt werden 'was die Erde im Innersten zusammenhält'.
- Markus Linck für seine Freundschaft und die großartige Zusammenarbeit im Labor. Unvergessen bleiben auch die lustigen und geselligen Abende und die zahlreichen Übungszettel, die wir während des Studiums zusammen gelöst haben.
- Sebastian Kempf, Stefan Lausberg und Tim Scarbrough mit denen ich im Labor zusammenarbeiten durfte und die meinen etwas speziellen Humor ertragen haben. Es hat sehr viel Spaß gemacht mit Euch die großen Mäander voranzubringen und ich werde die zahlreichen Nachtschichten und Messwochenenden mit Euch vermissen.
- Andreas Reiser, der mich in die Geheimnisse der Vakuumtechnik und Mechanik eingeführt hat und auch in Situationen der Güterverknappung immer ein 'Schluckchen' Helium für mich übrig hatte. Seine Hilfsbereitschaft und seine tatkräftige Unterstützung haben neben seinem ganz speziellen Humor wesentlich zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen. Selbst beim Sinsheimer Flugtag durfte ich von seinem umfassenden Wissen über Motoren profitieren, auch wenn es nicht ausreichte mich davon zu überzeugen in etwas einzusteigen was meines Erachtens fluguntauglich ist.

- Thomas Wolf, der durch sein unermüdliches Engagement, seine Hilfsbereitschaft und seine Erfahrung es erst möglich gemacht hat die zahlreichen Ideen auch in die Realität umzusetzen. Vielen Dank !
- Monika Binder die mit dem Erschmelzen der Ag:Er-Proben die Pionierarbeit für das Gelingen des Ag:Er-Experiments leistete und hierbei sehr viel gute Laune verbreitete.
- den 'Jung-Bolos': Jan-Patrick Porst, Sönke Schäfer, Andreas Pabinger, Christian Pies, Christian Domesle, Christian Höhn, Richard Weldle und den 'gealterten und jungen komplexen Systemen': Sandra Jenewein, Celine Rüdiger, Massomeh Bazrafshan, Gudrun Fickenscher, Florian Klotz, Marius Hempel, Angela Halfar, Daniel Rothfuß, Lena Maerten, Michel Kinzer, Gernot Kasper und Manfred von Schickfuß für den Spaß den wir im Labor und auf den Tagungen zusammen hatten. Auch werde ich die lustigen Stunden vermissen, die wir in der Minus-Zehn-Sterne-Mensa zusammen verbrachten, jedesmal hoffend nie wieder diesen Ort des 'Grauens' aufsuchen zu müssen.
- Sabine Wolf aus Appelborn ähh.. Eppelborn (dort wo die die Äpfel geboren werden) für ihre Freundschaft und ihre freche und direkte Art. Gerne erinnere ich mich an die Tagung in Dresden, die zahlreichen Raclett- und Tacco-Essen, die Robben an der Kieler Förde und das Planschen im Heideberger Freibad.
- Den Ehemaligen Marc Layer, Markus Heitz, Marek Barthkowiak, Daniel Haug, Catherin Fischer Stefanie Riegel, Talgat Daniyarov und Hannes Rotzinger, die zu guten Freunden geworden sind und mir immer mit Rat und Tat zu Seite standen. Ich erinnere mich gerne an die zahlreichen Kneipenbesuche und geselligen Freizeitaktivitäten, die Dipstick-Experimente von Talgat, das mitreißende Lachen von Marek, den Besuch in Utrecht, das Kanufahren auf der Jagst, das verräucherte Hausboot, die lustigen Tagungen und das 'Rattenhirn' das meinen Geburtstag für mich etwas früher enden ließ als geplant.
- allen Mitarbeiter des Kirchhoff-Instituts, die durch ihre Arbeit für das Funktionieren der Experimente gesorgt haben. Insbesondere möchte ich dabei die technischen Facharbeiter in den Bereichen der Helium- und der Stickstoff-Verflüssigung und die Arbeiter in der Elektronik- und der Feinmechanikerwerkstatt hervorheben.
- Robert Weis für seine prompte und schnelle Hilfe im Bereich von Computeranwendungen und die netten Gespräche in der Kaffee-Ecke und den Ehemaligentreffen.
- Michael Philipp, Isabel Heimgärtner, Steffen Schwind, Tanja Zimmermann, Alex Florian, Martin Ostermayer, Ton Van Tringh Do, Raphael Schmidt, Dennis Heine, Thorsten Strassel und Andreas Koch für Eure moralische Unterstützung während meiner Promotionszeit. Ihr habt mir immer wieder gezeigt, dass es neben der Physik noch andere Dinge gibt.

- meiner Freundin Astrid ohne die ich das alles nicht geschafft hätte. Sie hatte immer viel Verständnis für mich und meine Arbeit und schaffte es immer wieder mich zu motivieren und auch mal die Physik zu vergessen. Sie ist einfach ein ganz besonderer und wertvoller Mensch, der mein Leben bereichert und den ich keinesfalls missen möchte.

Zu guter Letzt möchte ich meinen Eltern danken, die mich in meinem Studium uneingeschränkt unterstützt haben. Von Ihnen habe ich Fähigkeiten und Werte vermittelt bekommen, die durch kein Studium der Welt erlernt werden können, die jedoch in vielen Situationen meines Studiums von unschätzbarem Wert waren. Auch möchte ich mich bei meiner Schwester bedanken, die immer ein offenes Ohr für ihren 'großen' Bruder hatte und immer wieder auf das 'Licht am Ende des Tunnels' hinwies.

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

Heidelberg, den 25.08.2008

.....  
(Andreas Burck)