RUPRECHT-KARLS-UNIVERSITÄT HEIDELBERG



Sebastian Heuser

Entwicklung mikrostrukturierter magnetischer Kalorimeter mit verbesserter magnetischer Flusskopplung für die hochauflösende Röntgenspektroskopie

Diplomarbeit

HD-KIP September 2011

KIRCHHOFF-INSTITUT FÜR PHYSIK

Fakultät für Physik und Astronomie Ruprecht-Karls-Universität Heidelberg

DIPLOMARBEIT

im Studiengang Physik

vorgelegt von Sebastian Heuser aus Marburg / Lahn

2011

Entwicklung mikrostrukturierter magnetischer Kalorimeter mit verbesserter magnetischer Flusskopplung für die hochauflösende Röntgenspektroskopie

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

Ziel dieser Diplomarbeit war die Entwicklung, Herstellung und Charakterisierung metallischer magnetischer Kalorimeter für die hochauflösende Röntgenspektroskopie. Ein metallisches magnetisches Kalorimeter besteht aus einem Absorber und einem paramagnetischen Temperatursensor. Die Absorption eines Röntgenphotons führt zu einer Erhöhung der Sensortemperatur und somit zu einer Änderung der Magnetisierung, die mit einem rauscharmen SQUID-Magnetometer gemessen wird.

Die im Rahmen dieser Arbeit entwickelte Detektorgeometrie besteht aus einer spiralförmigen Detektionsspule mit supraleitender Abdeckung und dazwischen befindlichem Sensor. Es wird der Aufbau, sowie die Funktionsweise dieser neuartigen Geometrie vorgestellt und zwei darauf basierende für die hochauflösende Röntgenspektroskopie optimierte Detektordesigns diskutiert. Dazu zählen zum einen eine aus acht Zwei-Pixel-Detektoren und somit sechzehn Pixeln bestehende Detektorszeile, sowie ein Ein-Pixel-Detektor mit Lastinduktivität. Beide Detektoren wurden vollständig mit Methoden der Mikrostrukturierung in einem achtlagigen Reinraum-Prozess hergestellt.

Der Ein-Pixel-Detektor wurde bei verschiedenen Temperaturen und Magnetfeldern charakterisiert und dessen Signalgröße, Signalform und sein spektrales Rauschen, sowie deren Einfluss auf die erreichte Energieauflösung untersucht. Mit dem Detektor wurde für 6 keV-Röntgenphotonen eine Energieauflösung von $\Delta E_{\rm FWHM} = 1,96 \,\text{eV}$ erzielt, was derzeit weltweit der besten Energieauflösung magnetischer Kalorimeter entspricht.

Development of microfabricated magnetic calorimeters with improved magnetic flux coupling for high resolution X-ray spectroscopy

The aim of this thesis was the development, fabrication and characterization of metallic magnetic calorimeters for high resolution x-ray spectroscopy. A metallic magnetic calorimeter consists of an absorber and a paramagnetic temperature sensor. The deposition of energy due to the absorption of an x-ray photon gives rise to an increase in the sensor temperature. This, in turn, results in a change of magnetization, which can be measured using a low noise dc-SQUID-magnetometer.

This thesis concerns itself primarily with a new kind of detector geometry. In this design, the sensor material is 'sandwiched' by a spiral shaped pickup coil and its superconducting ground plane. The setup, as well as the detection principle of this geometry, is discussed. Based on that, two optimized detector designs for x-ray spectroscopy are discussed: a detector array consisting of eight two-pixel-detectors (sixteen pixels) and a single-pixel-detector with load inductor. Both designs were fully microfabricated in an eight-layer clean-room process.

The above mentioned single-pixel-detector was characterized at different temperatures and magnetic fields. Its signal height, signal shape and spectral noise density have been studied as well as their impact on the achieved energy resolution. The instrumental linewidth of the detector for 6 keV x-ray photons was found to be $\Delta E_{\rm FWHM} = 1.96 \,\text{eV}$, which is currently the best energy resolution achieved world wide using metallic magnetic calorimeters.

Inhaltsverzeichnis

1	Einl	eitung	1
2	Phys	sikalische Grundlagen	3
2	2.1 D	etektionsprinzip magnetischer Kalorimeter	3
2	2.2 D	as Sensormaterial <u>Au</u> :Er	5
	2.2.1	Allgemeine Eigenschaften von <u>Au</u> :Er	5
	2.2.2	Thermodynamische Beschreibung im Modell wechselwirkungsfreier magnetischer Momente	6
	2.2.3	Thermodynamische Beschreibung von Au:Er im Modell wechselwirkend magnetischer Momente	er 8
	2.2.4	Zusätzliche Beiträge zur Wärmekapazität	10
2	2.3 D	etektorgeometrie	11
	2.3.1	Spiralförmige Detektions spule mit supraleitender Abdeckung $\ .\ .\ .$	11
	2.3.2	Magnetfeldverteilung im Sensor	14
	2.3.3	Detektorsignal in der Detektionsspule	15
	2.3.4	Flussänderung im SQUID-Magnetometer	16
3	Opti	mierung des Detektordesigns	19
3	8.1 In	trinsische Rauschbeiträge eines magnetischen Kalorimeters $\ .\ .\ .\ .$	19
	3.1.1	Thermodynamische Energiefluktuationen	19
	3.1.2	Magnetisches Johnson-Rauschen	21
	3.1.3	Rauschen eines SQUID-Magnetometers	22

	Innatisverzeichnis	
3.1	1.4 $1/f$ -Rauschen der Erbium-Ionen	22
3.2	Energieauflösung eines magnetischen Kalorimeters	22
3.3	Optimierung der Energieauflösung	23
3.4	Entwicklung neuer Detektordesigns	26
4 E	xperimentelle Methoden	31
4.1	Erzeugung tiefer Temperaturen	31
4.2	Herstellung der Detektoren	32
4.3	dc-SQUID-Magnetometer	34
4.3	3.1 Eigenschaften eines dc-SQUIDs	34
4.3	3.2 Zweistufiger SQUID-Aufbau	36
4.4	Detektoraufbau	37
4.5	Präparation des Dauerstroms	39
4.6	Datenaufnahme und Signalanalyse	40
4.7	⁵⁵ Fe-Röntgenquelle	41
5 E	xperimentelle Ergebnisse	43
5.1	Induktivität des Detektors	43
5.2	Magnetisierung des Sensors	45
5.3	Signalform	46
5.3	3.1 Abklingverhalten	46
5.3	3.2 Signalanstieg	51
5.3	3.3 Signalhöhe	54
5.4	Analyse der Rauschbeiträge	57
5.5	Analyse der Linearität	60

Inhaltsverzeichnis	iii		
5.6 Röntgenspektroskopie	61		
5.6.1 Analyse des Gesamtspektrums der 55 Fe-Röntgenquelle	61		
5.6.2 Analyse der K_{α} -Linie von ⁵⁵ Mn	63		
5.6.3 Analyse der Energieauflösung	64		
6 Zusammenfassung und Ausblick	69		
Literaturverzeichnis			
Danksagung			

Inhaltsverzeichnis

1. Einleitung

Die Untersuchung astronomischer Objekte wurde lange Zeit nur im sichtbaren und infraroten Spektralbereich durchgeführt. Mit dem Beginn der Röntgenastronomie wurde ein mächtiges Werkzeug zur experimentellen Überprüfung moderner astrophysikalischer Theorien geschaffen. Erst durch den Einsatz von Röngenspektrometern fand man beispielsweise heraus, dass sich im Inneren des Krebsnebels ein zuvor nicht beobachtetes Objekt befindet, da dieses nur elektromagnetische Strahlung im Röntgenspektralbereich emittiert [Bow64].

Für den Nachweis von Röntgenstrahlung kommen bislang häufig Kristallspektrometer oder Halbleiter-Ionisationsdetektoren zum Einsatz. Der Vorteil von Kristallspektrometern liegt in ihrem extrem hohen Auflösungsvermögen. Jedoch ist der bei der Messung zugängliche Spektralbereich aufgrund der Messmethode sehr beschränkt. Halbleiter-Ionisationsdetektoren besitzen dagegen eine große spektrale Bandbreite, zeigen allerdings neben einer energieabhängigen Nachweiseffizienz auch eine verhältnismäßig schlechte Energieauflösungen von $\Delta E_{\rm FWHM} > 50 \,\text{eV}$, die insbesondere im Bereich weicher Röntgenstrahlung bis 10 keV nicht genügt, um eng benachbarte Röntgenfluoreszenzlinien von verschiedenen Elementen oder von Atomen in unterschiedlichen Ionisationsstufen aufzulösen.

Mit der Entwicklung von Tieftemperatur-Teilchendetektoren, wie etwa Halbleiter-Thermistoren, supraleitenden Phasenübergangs-Sensoren und metallischen magnetischen Kalorimetern gelang es erstmals einen großen Spektralbereich bei gleichzeitig sehr hohem Auflösungsvermögen abzudecken. Tieftemperatur-Teilchendetektoren basieren auf einem kalorimetrischen Detektionsprinzip. Sie bestehen typischerweise aus einem je nach Röntgenenergie geeignet dimensionierten Absorber, in dem die Energie des detektierten Röntgenphotons deponiert wird, sowie einem Sensor, der die dadurch hervorgerufene Temperaturerhöhung nachweist.

Das Konzept metallischer magnetischer Kalorimeter wurde erstmals von S. Bandler *et al.* vorgeschlagen und umgesetzt [Ban93]. Hier wird die durch die Absorption eines Teilchens hervorgerufene Temperaturerhöhung über die Magnetisierungsänderung eines paramagnetischen Temperatursensors bestimmt. Dieser Temperatursensor besteht aus einem mit paramagnetischen Ionen dotierten Metall, was einerseits eine hohe Sensitivität und andererseits schnelle Thermalisierungszeiten gewährleistet.

Mit dem Ziel der Entwicklung metallischer magnetischer Kalorimeter für die hochauflösende Röntgenspektroskopie wurde im Rahmen dieser Arbeit eine neuartige Detektorgeometrie bestehend aus einer spiralförmigen Detektionsspule mit supraleitender Abdeckung und dazwischen befindlichem Sensor realisiert. Zwei verschiedene Detektordesigns wurden hergestellt. Dabei handelt es sich zum einen um eine aus acht Zwei-Pixel-Detektoren bestehende Detektorzeile mit einer Gesamtdetektionsfläche von 1 mm². Jedes einzelne Pixel ist für Röntgenabsorber aus Gold mit einer aktiven Fläche von 250 μ m × 250 μ m und einer Höhe von 5 μ m ausgelegt. Zum anderen wurde ein Ein-Pixel-Detektor entwickelt, dessen Röntgenabsorber einen Durchmesser von 134 μ m und eine Höhe von 5 μ m besitzt. Beide Absorber sind so dimensioniert, dass sie für 6 keV-Röntgenphotonen eine Absorptionswahrscheinlichkeit von über 99 % besitzen. Auf der Grundlage einer im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Simulation liegt die erreichbare Energieauflösung dieser Detektoren bei 1,92 eV bzw. 0,8 eV.

In Kapitel 2 wird das Detektionsprinzip metallischer magnetischer Kalorimeter dargestellt, sowie eine Beschreibung des verwendeten paramagnetischen Sensormaterials <u>Au</u>:Er gegeben. Im Anschluß wird die im Rahmen dieser Arbeit entwickelte Detektorgeometrie diskutiert. Hierbei wird der Aufbau, sowie die Funktionsweise dieser neuartigen Detektoren dargestellt und der Vorteil gegenüber bislang realisierter Geometrien herausgearbeitet.

In Kapitel 3 wird eine detaillierte Beschreibung der Rauschbeiträge eines metallischen magnetischen Kalorimeters gegeben und deren Einfluss auf die erreichbare Energieauflösung betrachtet. Hierbei wird der Einfluss der thermodynamischen Energiefluktuationen, des Rauschens des verwendeten SQUID-Magnetometers, sowie des frequenzabhängigen 1/f-Rauschens der Erbium-Ionen in Gold berücksichtigt. Basierend auf numerischen Simulationen und Optimierungsrechnungen wurden zwei Detektorentypen für den hochauflösenden Nachweis von 6 keV-Röntgenphotonen entwickelt. Im Anschluß werden die beiden zugehörigen Detektordesigns diskutiert.

In Kapitel 4 werden die verwendeten experimentellen Methoden beschrieben. Dabei wird der verwendetete ADR-Kryostat, sowie das zum Auslesen der Detektorsignale verwendete zweistufige dc-SQUID-Magnetometer und der zur Charakterisierung der entwickelten Detektoren verwendete experimentelle Aufbau vorgestellt.

Die mit dem neuentwickelten Ein-Pixel-Detektor erzielten experimentellen Ergebnisse werden in Kapitel 5 diskutiert. Dieser wurde bei verschiedenen Temperaturen und Magnetfeldern charakterisiert. Hierbei wird zunächst die gemessene Temperaturabhängigkeit der Magnetisierung des Sensors vorgestellt. Weiter werden die bei Absorption von Röntgenphotonen auftretenden Signalformen diskutiert und die zugehörigen Signalhöhen mit den numerischen Simulationen verglichen. Es folgt eine Analyse des beobachteten Rauschenspektrums, sowie eine Untersuchung von dessen Einfluss auf die erzielte Energieauflösung. Abschließend wird das gemessene Energiespektrum einer ⁵⁵Fe-Röntgenquelle präsentiert und die erreichte instrumentelle Energieauflösung des Detektors anhand der K_{α}-Linie von ⁵⁵Mn bestimmt.

2. Physikalische Grundlagen

2.1 Detektionsprinzip magnetischer Kalorimeter

Vorwiegend werden metallische magnetische Kalorimeter zur Detektion von Photonen aus dem Röntgenbereich mit Energien zwischen 1 keV und 100 keV eingesetzt. Im Rahmen dieser Arbeit sollen diese als Röntgenphotonen bezeichnet werden. Die Funktionsweise metallischer magnetischer Kalorimeter basiert auf dem ersten Hauptsatz der Thermodynamik. Im Folgenden soll anhand von Abbildung 2.1 erklärt werden, wie sich das kalorimetrische Prinzip zur Bestimmung der Energie dieser Photonen ausnutzen lässt. Ein magnetisches Kalorimeter besteht aus einem Absorber



Abb. 2.1: Schematische Darstellung eines magnetischen Kalorimeters.

für die zu detektierenden Teilchen und einem paramagnetischen Temperatursensor, der sich in einem schwachen äußeren Magnetfeld H befindet. Beide Systeme stehen in gutem thermischen Kontakt zueinander und sind über eine hinreichend schwache thermische Verbindung an ein Wärmebad der Temperatur T gekoppelt. Ein Energieeintrag δE in den Detektor, welcher durch die Absorption eines Röntgenphotons oder eines massiven Teilchens hervorgerufen wird, führt zu einer Temperaturerhöhung δT , die in linearer Näherung durch

$$\delta T = \frac{\delta E}{C_{\rm tot}} \tag{2.1}$$

gegeben ist. Dies macht deutlich, dass sich bei bekannter Gesamtwärmekapazität C_{tot} des Detektors die Bestimmung des Energieeintrages δE auf die Messung der

Temperaturerhöhung δT reduzieren lässt.

Aufgrund der paramagnetischen Eigenschaften des Sensors führt eine Temperaturerhöhung δT zu einer Abnahme der Magnetisierung M. Für kleine Temperaturerhöhungen, $\delta T \ll T$, lässt sich die Magnetisierungsänderung δM durch den Ausdruck

$$\delta M \simeq \frac{\partial M}{\partial T} \delta T \tag{2.2}$$

angeben. Diese Magnetisierungsänderung kann besonders genau in Form einer magnetischen Flussänderung $\delta\Phi$ durch ein hochauflösendes SQUID¹-Magnetometer nachgewiesen werden. Es gilt hierbei

$$\delta \Phi \propto \delta M \simeq \frac{\partial M}{\partial T} \frac{\delta E}{C_{\rm tot}}$$
 (2.3)

Gleichung 2.3 lässt bereits zwei wichtige Forderungen an den Aufbau eines Detektors erkennen, die zu einer Maximierung des Detektorsignals führen. Zum einen sollte die Temperaturabhängigkeit der Magnetisierung $\partial M/\partial T$ des Sensors möglichst groß sein und zum anderen sollte die Gesamtwärmekapazität des Detektors C_{tot} möglichst klein sein. Des Weiteren ist es vorteilhaft, wenn die Anstiegs- und Abfallszeiten des Detektorsignals hinreichend kurz sind, um hohe Zählraten zu erreichen.

Die Forderung einer kleinen Gesamtwärmekapazität $C_{\rm tot}$ lässt sich durch die Wahl tiefer Arbeitstemperaturen erfüllen, da hier sowohl der elektronische $(C_{\rm el} \propto T)$ als auch der phononische Beitrag $(C_{\rm ph} \propto T^3)$ zur Wärmekapazität klein sind. Darüber hinaus haben tiefe Temperaturen den Vorteil, dass thermisches Rauschen signifikant kleiner ist. Der typische Arbeitsbereich der hier vorgestellten Detektoren liegt daher in einem Temperaturbereich von 10 mK bis 100 mK.

Um eine möglichst starke Temperaturabhängigkeit der Magnetisierung M des Sensormaterials zu erreichen, wird in der hier diskutierten Arbeit als Sensormaterial eine verdünnte Legierung aus Gold und dem Seltenerdmetall Erbium verwendet. Auch bis hin zu tiefen Temperaturen folgt dessen Magnetisierung in guter Näherung dem Curie-Gesetz, d.h. $M \propto 1/T$, wodurch eine starke Temperaturabhängigkeit $\partial M/\partial T$ garantiert ist. Des Weiteren bewirkt die Einbettung der magnetischen Er-Ionen in das metallische Wirtsmaterial Gold eine starke Kopplung zwischen den lokalisierten magnetischen Momenten der Er-Ionen und den Leitungselektronen des Metalls. Da dies eine schnelle Spin-Elektron-Relaxationszeit zur Folge hat, sind die Anstiegszeiten des Detektorsignals sehr kurz. Die kürzesten bisher beobachteten Signalanstiegszeiten betrugen selbst bei Temperaturen unter 50 mK noch weniger als 100 ns.

 $^{^{1}}$ Akronym für **S**uperconducting **Qu**antum Interference **D**evice

2.2 Das Sensormaterial <u>Au</u>:Er

2.2.1 Allgemeine Eigenschaften von <u>Au</u>:Er

In der vorliegenden Arbeit wurde als paramagnetisches Sensormaterial eine Legierung aus Gold und einigen 100 ppm des Seltenerdmetalls Erbium verwendet.

Die Erbium-Atome besetzen reguläre Gitterplätze des fcc-Gitters von Gold und geben gemäß ihrer Oxidationszahl drei Valenzelektronen an das Leitungsband ab. Demnach sind die resultierenden Erbium-Ionen dreifach positiv geladen und besitzen die Elektronenkonfiguration [Kr] $4d^{10}4f^{11}5s^25p^6$. Aufgrund der unvollständig gefüllten 4f-Schale der Erbium-Ionen haben diese ein permanentes magnetisches Moment und liefern somit einen paramagnetischen Beitrag zur Suszeptibilität. Dieser dominiert für die in dieser Arbeit verwendeten Legierungen bei Temperaturen unter 50 K.

Die 4*f*-Elektronen befinden sich tief im Inneren eines Erbium-Ions. Daher wird das durch die Gold-Ionen verursachte Kristallfeld am Ort der 4*f*-Elektronen von den weiter außen liegenden 5*s*- und 5*p*-Elektronen stark abgeschirmt. Der Gesamtspin \boldsymbol{S} , der Gesamtbahndrehimpuls \boldsymbol{L} und der Gesamtdrehimpuls \boldsymbol{J} des Grundzustandes eines Erbium-Ions lassen sich somit gemäß der Hundschen Regeln bestimmen. Mit dem daraus resultierenden Landé-Faktor von $g_J = 6/5$ lässt sich deren magnetisches Moment $\boldsymbol{\mu} = -g_J \mu_{\rm B} \boldsymbol{J}$ berechnen [Abr70].

Bei Temperaturen über 100 K lässt sich die gemessene Magnetisierung sehr gut mit den hieraus berechneten Werten beschreiben [Wil69]. Bei tieferen Temperaturen ist der Einfluss des Kristallfeldes am Ort der 4f-Elektronen allerdings nicht mehr vernachlässigbar und muss durch einen zusätzlichen Term im Hamilton-Operator, der die Symmetrie des Gold-Kristallgitters besitzt, berücksichtigt werden. Aufgrund der Wechselwirkung mit dem Kristallfeld wird die sechzehnfache Entartung des Er³⁺-Grundzustandes aufgehoben und es entsteht eine Reihe verschiedener Multipletts $(\Gamma_6, \Gamma_7$ -Doublett, $3 \times \Gamma_8$ -Quartett), von denen das energetisch Günstigste durch ein $\Gamma_7\text{-}\mathrm{Kramers\text{-}Doublett}$ gegeben ist. Dessen Energie
abstand im Nullfeld zum nächsthöheren Multiplett wurde mehrfach mit verschiedenen Methoden ([Wil69], [Sjö75], [Dav73]) bestimmt. Der zur Zeit vermutlich genaueste Wert wurde durch Neutronenstreuexperimente gemessen und beträgt etwa $\Delta E/k_{\rm B} = 17$ K [Hah92]. Daher ist bei Temperaturen weit unter einem Kelvin und in kleinen Magnetfeldern die Besetzung der höheren Multipletts so unwahrscheinlich, dass sich das System der Erbium-Ionen in Gold als Zwei-Niveau-System mit einem effektiven Quasi-Spin von S = 1/2 und effektivem, isotropem Landé-Faktor von $\tilde{g} = 34/5$ beschreiben lässt [Abr70].

2.2.2 Thermodynamische Beschreibung im Modell wechselwirkungsfreier magnetischer Momente

Wie in Kapitel 2.1 gezeigt wurde, lässt sich die Bestimmung der Energie eines absorbierten Röntgenphotons auf die Messung der damit verbundenen Magnetisierungsänderung des paramagnetischen Sensors zurückführen. Für die Diskussion der Signalgröße $\delta \Phi \propto \delta M$ pro Energieeintrag δE ist die Betrachtung der Gesamtwärmekapazität C_{tot} und der Temperaturabhängigkeit der Magnetisierung, $\partial M/\partial T$, von großer Bedeutung.

Wie in der Vergangenheit gezeigt wurde ([Fle03]), können diese Größen mit Methoden der statistischen Physik und der Thermodynamik berechnet werden. Vernachlässigt man zunächst die Wechselwirkung der magnetischen Momente untereinander, so erhält man für die Wärmekapazität C_z des Systems der magnetischen Momente

$$C_{\rm z} = Nk_{\rm B} \left(\frac{\Delta E}{k_{\rm B}T}\right)^2 \frac{\mathrm{e}^{\Delta E/k_{\rm B}T}}{\left(\mathrm{e}^{\Delta E/k_{\rm B}T}+1\right)^2} , \qquad (2.4)$$

wobei N die Anzahl der magnetischen Momente, $k_{\rm B} = 1,38 \cdot 10^{-23} \,\text{J/K}$ die Boltzmann-Konstante und $\Delta E = \tilde{g}\mu_{\rm B}B$ die Zeemanaufspaltung der magnetischen Zwei-Niveau-Systeme (mit Quasispin $\tilde{S} = 1/2$ und $\tilde{g} = 34/5$) in einem äußeren Magnetfeld B bezeichnen.

Ferner erhält man für die Magnetisierung den Ausdruck

$$M = \frac{N}{V} \frac{\tilde{g}\mu_{\rm B}}{2} \tanh\left(\frac{\Delta E}{2k_{\rm B}T}\right).$$
(2.5)

Hierbei steht V für das Volumen des Sensors.

Der Verlauf der Wärmekapazität des Zwei-Niveau-Systems ist in Abbildung 2.2 als Funktion der reduzierten Temperatur $k_{\rm B}T/\Delta E$ dargestellt. Diese besitzt bei etwa $k_{\rm B}T/\Delta E \approx 0.42$ ein Maximum, welches allgemein als Schottky-Anomalie bezeichnet wird, mit einem Wert von $C_{\rm Z,max} \approx 0.44Nk_{\rm B}$.

Des Weiteren ist in Abbildung 2.3 die Magnetisierung des paramagnetischen Sensors im Modell wechselwirkungsfreier magnetischer Momente als Funktion der inversen Temperatur 1/T für eine Erbiumkonzentration von 250 ppm gezeigt. Für den Fall hoher Temperaturen $T \gg \Delta E/k_{\rm B}$ lässt sich der Hyperbeltangens in Gleichung 2.5 nach dem Argument entwickeln und man erhält den als Curie-Gesetz bekannten Verlauf der Magnetisierung

$$M \approx \mu_0 \frac{N}{V} \frac{\left(\tilde{g}\mu_{\rm B}\right)^2}{4k_{\rm B}} \frac{H}{T} , \qquad (2.6)$$

wobei $\mu_0 = 4\pi \cdot 10^{-7} \text{Vs/Am}$ die magnetische Permeabilität des Vakuums bezeichnet.



600 500 Magnetisierung M [A/m] 400 300 Au:Er_{250 ppm} 200 250 ppm Brillouin - Näherung 100 0 0 50 100 150 200 250 Inv. Temperatur 1/T [1/K]

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

Abb. 2.3: Magnetisierung M als Funktion der inversen Temperatur 1/T für einen Sensor mit einer Erbium-Konzentration von 250 ppm.

Detektorsignal im Falle wechselwirkungsfreier magnetischer Momente

In den vorherigen Abschnitten wurde zwar desöfteren erwähnt, dass sich die Energiebestimmung mit Hilfe eines magnetischen Kalorimeters auf die Messung der Magnetisierungsänderung δM zurückführen lässt. Für die nun folgende Diskussion des Detektorsignals im Falle wechselwirkungsfreier magnetischer Momente wollen wir allerdings anstelle der Änderung δM der Magnetisierung die Änderung des magnetischen Moments $\delta m = V \delta M$ betrachten, da diese unabhängig von der betrachteten Sensorgeometrie ist. Nimmt man an, dass das Verhalten des Detektors ausschließlich durch das zuvor betrachtete und als wechselwirkungsfrei angenommene System der magnetischen Momente beschrieben wird, so verursacht ein Energieeintrag δE das Umklappen von δN magnetischen Momenten, von denen jedes den Energiebetrag $\Delta E = \tilde{g}\mu_{\rm B}B$ aufnimmt und das magnetische Moment um $\Delta \mu = \tilde{g}\mu_{\rm B}$ ändert. Insgesamt ändert sich somit das magnetische Moment des Sensormaterials um

$$\delta m = \frac{\delta E}{B} . \tag{2.7}$$

In diesem Modell würde also zu kleinen Magnetfeldern hin die Empfindlichkeit des Detektors zunehmen, da durch die abnehmende Zeeman-Aufspaltung bei gleichem Energieeintrag mehr magnetische Momente umgeklappt werden können.

Jedoch müssen in einem realen Detektor neben der Wärmekapazität des Zeeman-Systems C_z weitere Wärmekapazitäten berücksichtigt werden. Hierzu zählen die Wärmekapazität der Gitterschwingungen $C_{\rm ph}$, sowie die Wärmekapazität der Leitungselektronen $C_{\rm el}$. Da der Detektor allerdings bei tiefen Temperaturen betrieben wird und der phononische Beitrag zur Wärmekapazität proportional zu T^3 ist, kann man diesen bei der Berechnung der Gesamtwärmekapazität in guter Näherung vernachlässigen. Die zusätzlich auftretende Wärmekapazität der Elektronen bewirkt, dass nur der Bruchteil

$$\delta E_{\rm z} = \frac{C_{\rm z}}{C_{\rm z} + C_{\rm el}} \delta E \tag{2.8}$$

der Energie δE in das System der magnetischen Momente fließt. Die Magnetfeldabhängigkeit des Detektorsignals ändert sich damit grundlegend.

Abbildung 2.4 zeigt die Änderung des magnetischen Moments als Funktion des Magnetfeldes B für einen Energieeintrag von $\delta E = 5.9$ keV. Zunächst steigt die Änderung des magnetischen Moments δm bei kleinen Magnetfeldern proportional zu B an, durchläuft ein temperaturabhängiges Maximum bei

$$C_{\rm z}\left(B_{\rm max}, T\right) \approx C_{\rm el}\left(T\right) \,, \tag{2.9}$$

bis bei höheren Magnetfeldern die durch Gleichung 2.7 gegebene 1/B-Abhängigkeit zu beobachten ist. Dieses Verhalten lässt sich dadurch erklären, dass zu kleinen Magnetfeldern die Wärmekapazität des Spinsystems proportional zu B^2 ansteigt, während bei höheren Magnetfeldern oberhalb des Maximums die Wärmekapazität des Spinsystems zunächst größer als die der Leitungselektronen ist und somit die gesamte im Detektor deponierte Energie in das System der Erbium-Ionen fließt.



Abb. 2.4: Anderung des magnetischen Moments δm als Funktion des Magnetfeldes B für einen Energieeintrag von $\delta E = 5.9$ keV und einer Erbium-Konzentration von 250 ppm.

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

In den vorherigen Abschnitten wurde zwar die Wechselwirkung der Erbium-Ionen mit dem Kristallfeld und dem äußeren Magnetfeld, nicht aber die Wechselwirkung der Erbium-Ionen untereinander betrachtet. Um jedoch die experimentellen Daten mit Hilfe der Theorie korrekt beschreiben zu können, ist es unerlässlich die Wechselwirkung der Erbium-Ionen untereinander zu berücksichtigen. Dafür kommen die magnetische Dipol-Dipol-Wechselwirkung und die sogenannte RKKY-Wechselwirkung² in Frage. Da allerdings die 4f-Orbitale zweier Erbium-Ionen einen verschwindend kleinen Überlapp besitzen und zudem die Konzentration von Erbium in Gold nur einige 100 ppm beträgt, kann der Beitrag der direkten Austauschwechselwirkung vernachlässigt werden. Allerdings kann über die Leitungselektronen des Wirtskristalls Gold zwischen den Erbium-Ionen eine indirekte Austauschwechselwirkung, die RKKY-Wechselwirkung, vermittelt werden. Die Dipol-Dipol-Wechselwirkung resultiert aus der Kopplung der permanenten magnetischen Momente der Erbium-Ionen untereinander. Da beide Wechselwirkungen für große Abstände r der Erbium-Ionen proportional zu $1/r^3$ abklingen, ist es möglich, die Stärke beider Wechselwirkungen mit Hilfe eines sogenannten Wechselwirkungsparameters α , der die Stärke der RKKY-Wechselwirkung relativ zur Stärke der Dipol-Dipol-Wechselwirkung angibt, zu vergleichen.



Abb. 2.5: Messungen der Magnetisierung (links) und der spezifischen Wärme (rechts) eines <u>Au</u>:Er-Sensors mit einer Erbium-Konzentration von 300 ppm als Funktion der inversen Temperatur (links) beziehungsweise der Temperatur (rechts) für verschiedene Magnetfelder. Die durchgezogenen Kurven sind numerische Simulationen, die mit Hilfe einer Monte-Carlo-Methode durchgeführt wurden [Fle03] und für die angenommen wurde, dass der Wechselwirkungsparameter $\alpha = 5$ beträgt.

Abbildung 2.5 zeigt Messungen der spezifischen Wärme und der Magnetisierung einer <u>Au</u> : $Er_{300 \text{ ppm}}$ -Probe als Funktion der inversen Temperatur beziehungsweise der

²Benannt nach den Namen der Physiker M. A. Rudermann, C. Kittel, T. Kasuya und K. Yosida.

Temperatur für verschiedene Magnetfelder. Die durchgezogenen Kurven entsprechen numerisch berechneten Verläufen, bei denen die beiden letztgenannten Wechselwirkungen als zusätzliche Terme im Hamilton-Operator berücksichtigt wurden. Eine detailliertere Berechnung dessen findet man z.B. in [Fle05]. Wie sowohl für die Messung der Magnetisierung, als auch für die Messung der Wärmekapazität leicht zu erkennen ist, zeigt das verwendete Modell wechselwirkender Erbium-Ionen eine gute Übereinstimmung mit den experimentell gemessenen Daten. Auch für dieses Modell zeigt die Magnetisierung bei hohen Temperaturen das erwartete Curie-Verhalten $M \propto 1/T$, während sich bei tiefen Temperaturen ein etwas kleinerer Sättigungswert der Magnetisierung als im wechselwirkungsfreien Modell einstellt. Des Weiteren zeigt die Wärmekapazität ein magnetfeldabhängiges Maximum, dessen Breite im Vergleich zum wechselwirkungsfreien Fall etwa doppelt so groß ist. Insgesamt führt die Wechselwirkung der Erbium-Ionen untereinander somit im relevanten Temperaturbereich zu einer Verringerung des Detektorsignals.

2.2.4 Zusätzliche Beiträge zur Wärmekapazität

Wie sich in vergangenen Messungen zeigte, existieren neben den bereits diskutierten Beiträgen zur Wärmekapazität zwei weitere Beiträge, die im folgenden Abschnitt kurz erläutert werden sollen. Dabei handelt es sich auf der einen Seite um das Kernspin tragende Er-Isotop ¹⁶⁷Er und auf der anderen Seite um das System der Kernquadrupolmomente von Gold³ [Her00].

Als einziges stabiles Erbium-Isotop besitzt ¹⁶⁷Er einen Kernspin von I = 7/2. Dies führt dazu, dass das Γ_7 -Kramers-Doublett eine Hyperfeinaufspaltung erfährt und für kleine Magnetfelder zwei Gruppen von Energieniveaus mit Gesamtdrehimpulsen F = 3 und F = 4 bildet. Deren Nullfeldaufspaltung beträgt etwa $\Delta E/k_{\rm B} \approx 140$ mK [Sjö75]. Da Umbesetzungen zwischen den beiden Multipletts mit F = 3 und F = 4nicht zwingend zu einer Änderung des magnetischen Moments beziehungsweise der Magnetisierung führen, kann das Er-Isotop ¹⁶⁷Er Energie aufnehmen ohne effektiv zum Signal beizutragen. Der Anteil ¹⁶⁷Er in natürlich vorkommendem Erbium beträgt 23 %, was zu einer inakzeptablen Reduktion des Signals führt. In der vorliegenden Arbeit wurde daher isotopenangereichertes Material mit einem ¹⁶⁷Er-Anteil von etwa 1,2%⁴ verwendet, sodass dessen Beitrag zur Magnetisierung und zur Wärmekapazität vernachlässigt werden kann.

Ein weiterer Beitrag zur Wärmekapazität wurde bei Messungen des Thermalisierungsverhaltens von <u>Au</u>:Er beobachtet und lässt sich auf die Kernquadrupolmo-

³Gold besitzt nur ein stabiles Isotop, ¹⁹⁷Au, das einen Kernspin von I = 3/2 und ein Kernquadrupolmoment von 0,547 barn trägt [Wea82].

⁴Nach Angaben des Herstellers Oak Ridge National Laboratory, Oak Ridge, TE 37831, USA.

mente von Gold zurückführen. In defektfreiem reinen Gold kommt es aufgrund der perfekten kubischen Kristallsymmetrie zu keiner Quadrupolaufspaltung. Durch die Anwesenheit der Erbium-Ionen wird allerdings die Symmetrie gestört und am Ort der Gold-Ionen ein elektrischer Feldgradient erzeugt, sodass die Entartung der Energieniveaus der Goldkerne aufgehoben wird. Dieses Wärmekapazitätssystem ist für kleine äußere Magnetfelder näherungsweise magnetfeldunabhängig und im Temperaturbereich zwischen 10 mK und 100 mK proportional zum Quadrat der inversen Temperatur. Darüber hinaus liegt die Relaxationszeit dieses Systems im Bereich von $100 \,\mu$ s bis 1 ms und hängt vom äußeren Magnetfeld ab, besitzt jedoch überraschenderweise keine Temperaturabhängigkeit [Sch00].

2.3 Detektorgeometrie

In der Diskussion des Detektorsignals wurde bislang die Änderung des magnetischen Moments δm des Sensors für einen Energieeintrag δE betrachtet, da diese Größe nicht von der Detektorgeometrie abhängt. Allerdings ist die im Experiment zugängliche Messgröße, $\delta \Phi_{\rm S}/\delta E$, d.h. die Änderung des magnetischen Flusses im SQUID-Magnetometer pro Energieeintrag, von der Detektorgeometrie abhängig. In den folgenden Abschnitten wird die Geometrie des Detektors diskutiert und begründet, welche Vorteile die in der Arbeit realisierte Geometrie besitzt.

2.3.1 Spiralförmige Detektionsspule mit supraleitender Abdeckung

In Abbildung 2.6 sind exemplarisch zwei Detektorgeometrien dargestellt, die in der Vergangenheit häufig verwendet wurden beziehungsweise auch heutzutage häufig verwendet werden ([Fle05]). Beide Geometrien sollen im Folgenden näher beschrieben werden.

Abbildung 2.6 a) zeigt ein metallisches magnetisches Kalorimeter mit zylinderförmigem Sensor, welcher sich im Zentrum der kreisförmigen Leiterschleife eines dc-SQUID-Magnetometers befindet. Zum Ausrichten der magnetischen Momente wird der Sensor von einem externen Magnetfeld durchsetzt. Über dem Sensor wird ein metallischer Absorber aufgebracht. Für einen solchen Detektor mit einer Absorberwärmekapazität von $C_a = 1 \text{ pJ/K}$ wurde in der Vergangenheit eine instrumentelle Linienbreite von $\Delta E_{\text{FWHM}} = 2,8 \text{ eV}$ bei einer Photonenenergie von 5,9 keV erreicht [Pab08]. Diese Geometrie zeigt zwar bereits sehr gute magnetische Kopplung, allerdings wäre das magnetische Übersprechen in dicht gepackten Arrays störend groß. Auch kann die magnetische Kopplung zwischen Spins und Aufnehmerspule durch die im Folgenden diskutierte Geometrie übertroffen werden.



Abb. 2.6: Schematische Darstellung zweier häufig verwendeter Detektorgeometrien. a) Magnetisches Kalorimeter mit zylinderförmigem Sensor umgeben von der kreisförmigen Leiterschleife eines dc-SQUID-Magnetometers. b) Gradiometrisch aufgebautes magnetisches Kalorimeter mit mäanderförmigen Detektionsspulen und supraleitendem Flußtransformator zum SQUID-Magnetometer.

Statt einer kreisförmigen Leiterschleife kann zum Beispiel eine mäanderförmige Detektionsspule gewählt werden, auf die ein planarer Sensor aufgebracht wird [Zin04]. Ein solcher Aufbau ist in Abbildung 2.6 b) gezeigt. Mit diesem Aufbau können große Sensorflächen realisiert werden, da im Gegensatz zur zylinderförmigen Geometrie die Kopplung zwischen den magnetischen Momenten im Sensor und der Detektionsspule deutlich gesteigert wird (siehe z.B. [Rot07]). Im Gegensatz zur gerade beschriebenen Detektorgeometrie mit zylinderförmigem Sensor in der kreisförmigen Leiterschleife eines SQUID-Magnetometers kann hier außerdem das zum Ausrichten der magnetischen Momente benötigte Magnetfeld von einem in die Detektionsschleife eingeprägten Dauerstrom erzeugt werden. Für einen solchen Detektor konnte bei einer Absorberwärmekapazität von $C_{\rm a} = 0.25 \, {\rm pJ/K}$ eine Energieauflösung von $\Delta E_{\rm FWHM} = 2.8 \, {\rm eV}$ bei 5.9 keV erreicht werden [Fle09]. Obwohl der Füllfaktor

$$F = \frac{\int_{V_{\rm s}} B^2(\boldsymbol{r}) \mathrm{d}^3 \mathrm{r}}{\int_{\mathbb{R}^3} B^2(\boldsymbol{r}) \mathrm{d}^3 \mathrm{r}} , \qquad (2.10)$$

der die magnetische Feldenergie im Sensorvolumen $V_{\rm s}$ relativ zur gesamten magnetischen Feldenergie angibt, im Gegensatz zur zylinderförmigen Geometrie erhöht ist, kann er bei einer Geometrie mit mäanderförmiger Detektionsschleife maximal einen Wert von F = 0.5 annehmen, da der Sensor nur auf einer Seite von der Einkoppelspule umgeben ist.

Füllfaktoren mit Werten nahe 1 erhöhen allerdings die Sensitivität des Detektors, sodass für hochauflösende Detektoren eine Geometrie mit Füllfaktoren $F \simeq 1$ wünschenswert ist. Wie in [Rot07] oder [Fle09] gezeigt wurde, lässt sich dies dadurch realisieren, dass der Sensor zwischen zwei supraleitenden Strukturen platziert wird (siehe Abbildung 2.7). Um eine möglichst homogene Magnetfeldverteilung im Sensor zu erhalten, werden die beiden übereinander liegenden Streifen zu Spiralen deformiert, wobei der Abstand, sowie die Breite der Spiralbahnen konstant gehalten wird. Aus fabrikationstechnischen Gründen wird der Sensor vollflächig strukturiert und die obere der beiden Spiralen durch eine ringförmige Fläche ersetzt. Die Magnetfeldverteilung, sowie die Induktivität des Detektors werden hierbei nur geringfügig beeinflusst. Eine Detektorgeometrie dieser Art wird in [Boy09] vorgeschlagen und diskutiert.

Da im Rahmen dieser Arbeit die zuletzt genannte Detektorgeometrie erstmals realisiert wurde, werden sich die folgenden Betrachtungen auf diese Geometrie beschränken.



Abb. 2.7: Schematische Darstellung eines gradiometrisch aufgebauten magnetischen Kalorimeters mit spiralförmiger Detektionsspule und supraleitender Abdeckung.

Abbildung 2.7 zeigt eine schematische Darstellung eines gradiometrisch aufgebauten magnetischen Kalorimeters mit spiralförmiger Detektionsspule und supraleitender Abdeckung. Der gesamte Stromkreis besteht aus dem supraleitenden Material Niob und ist durch je eine Isolationsschicht, hier Si₃N₄, von dem dazwischen liegenden <u>Au</u>:Er-Sensor elektrisch isoliert. Das Magnetfeld, welches von einem in der Detektionsspule fließenden Dauerstrom I_0 erzeugt wird, ist leicht inhomogen und zeigt in radiale Richtung (siehe Abbildung 2.8).

Gegenüber der direkten Kopplung zwischen den magnetischen Momenten im Sensor und dem SQUID-Magnetometer hat die durch die Transformatorkopplung erlaubte räumliche Trennung von Sensor und SQUID-Magnetometer einige Vorteile. Zum einen können thermische Einflüsse des SQUID-Magnetometers auf den Sensor unterdrückt werden, zum anderen hat man die Möglichkeit kommerziell erhältliche SQUID-Magnetometer in Kombination mit selbst hergestellten Detektoren verwenden zu können. Außerdem lässt sich durch die gradiometrische Verschaltung beider Detektionsspulen der Einfluss äußerer Temperaturschwankungen auf das Detektorsignal stark unterdrücken, da sich durch Temperaturänderungen induzierte Ströme in den Detektionsspulen gegenseitig aufheben. Ferner kann man den Aufbau auf diese Weise als Zwei-Pixel-Detektor betreiben, da die durch die Absorption eines Röntgenphotons hervorgerufenen Detektorsignale für beide Detektionsspulen entgegengesetztes Vorzeichen besitzen und somit unterschieden werden können.

2.3.2 Magnetfeldverteilung im Sensor

Da das durch den Dauerstrom I_0 in der zweilagigen Detektionsspule erzeugte Magnetfeld nur schwer analytisch berechnet werden kann, wurde die Magnetfeldverteilung im Sensor auf numerische Weise mit Hilfe einer Finite-Elemente-Simulation bestimmt. In dieser Arbeit wurde die Finite-Elemente-Software FEMM⁵ verwendet, mit der sich quasi-zweidimensionale Probleme der Elektro- und Magnetostatik behandeln lassen.

Unter der Annahme, dass es sich bei der Spirale um eine Reihe ineinander geschachtelter, konzentrischer Ringe handelt, die jeweils von einem Strom I_0 durchflossen werden, lässt sich das in diesem Fall vorliegende dreidimensionale Problem der Magnetfeldverteilung im Sensor auf die Betrachtung einer Ebene im rechten Halbraum senkrecht zum Verlauf der Ringe und somit zu einem axialsymmetrischen, zweidimensionalen Problem reduzieren. Diese Annahme ist gerechtfertigt, da jedes Schnittbild durch den Ursprung, senkrecht zum Verlauf der Spiralbahnen bis auf einen verschobenen Symmetriepunkt dasselbe Bild ergibt.



Abb. 2.8: Simulierte Magnetfeldverteilung im Sensor für einen Strom von 10 mA in der Detektionsspule. Dargestellt sind die Äquipotentiallinien des Magnetfeldes, sowie dessen Betrag in Form eines Falschfarbenbildes. Zur besseren Veranschaulichung der Magnetfeldverteilung im Sensor wurde dieser viel höher dargestellt als er in der Realität ist.

Weiterhin wurde angenommen, dass die Spiralbahnen aus supraleitendem Niob bestehen und eine endliche Eindringtiefe von $\xi = 40 \text{ nm}$ für das Magnetfeld besitzen. Darüber hinaus wurde angenommen, dass sowohl die Spiralbahnen, als auch die supraleitende Abdeckung durch eine Isolationsschicht der Dicke $h_{iso} = 225 \text{ nm}$ von dem dazwischen liegenden paramagnetischen Sensormaterial getrennt sind. Der Einfluss des Sensormaterials auf die Magnetfeldverteilung wurde vernachlässigt, da beide

 $^{{}^{5}}$ Finite Element Method Magnetics 4.2 von D. Meeker, Freeware

Materialen für den in dieser Arbeit verwendeten Detektor eine kleine magnetische Suszeptibilität $\chi < 0.2$ besitzen.

In Abbildung 2.8 ist die Magnetfeldverteilung im Sensor für einen Feldstrom von $I_0 = 10 \text{ mA}$, einer Sensorhöhe von $h = 0.6 \,\mu\text{m}$ und einer Isolationsschicht von $h_{\text{iso}} = 225 \,\text{nm}$ dargestellt. Die Breite der Spiralbahnen beträgt $w = 5.5 \,\mu\text{m}$ bei einem Mitte-zu-Mitte-Abstand von $p = 7 \,\mu\text{m}$. Da das Magnetfeld an jedem Ort \boldsymbol{r} im Inneren des Sensors proportional zum eingefrorenen Dauerstrom I_0 ist, kann die Magnetfeldverteilung für Ströme, die von dem in der Simulation verwendeten Strom abweichen, reskaliert werden.



Abb. 2.9: Wahrscheinlichkeitsverteilung P(B) des Betrages des Magnetfeldes B beziehungsweise des Geometriefaktors G (siehe Abschnitt 2.3.3) in einem 0,6 μ m hohen Sensor bei einem eingeprägten Dauerstrom von 10 mA. Das mittlere Magnetfeld beträgt $\langle B \rangle = 1,75$ mT. Der mittlere Geometriefaktor beträgt in dieser Geometrie $\langle G \rangle = 0,77$.

Abbildung 2.9 zeigt die aus der Simulation bestimmte Häufigkeitsverteilung P(B) des Betrages des Magnetfeldes B im Sensorvolumen für die zuvor genannten Detektorparameter als Funktion von B beziehungsweise des Geometriefaktors G, der in Abschnitt 2.3.3 näher erläutert wird.

2.3.3 Detektorsignal in der Detektionsspule

Ähnlich wie bei mäanderförmigen Detektionsschleifen (siehe zum Beispiel [Fle05]), lässt sich ein relativ einfacher Ansatz für das Detektorsignal einer spiralförmigen Detektionsschleife formulieren. Da leichte Magnetfeldinhomogenitäten innerhalb der spiralförmigen Detektionsschleife dazu führen, dass der Geometriefaktor $G = G(\mathbf{r}/w)$ ortsabhängig ist, gilt für die von einer Magnetisierungsänderung δM eines infinitesimalen Volumenelements d³r am Ort \mathbf{r} hervorgerufene Flussänderung

$$d(\delta\Phi) = \mu_0 \frac{G(\boldsymbol{r}/w)}{w} \delta M(\boldsymbol{r}) d^3 r . \qquad (2.11)$$

Hierin bezeichnet w die Breite der Spiralbahnen. Wie in [Bur04] beschrieben, lässt sich der Geometriefaktor G bei Kenntnis des Magnetfeldbetrages $B(\mathbf{r})$ für gegebenen Feldstrom I_0 bestimmen. Der Betrag des Magnetfeldes einer spiralförmigen Detektionsschleife ist durch

$$B(\mathbf{r}) = \mu_0 G(\mathbf{r}/w) \frac{I_0}{w}$$
(2.12)

gegeben. Insgesamt ergibt sich aus den Gleichungen 2.11 und 2.12 für die Signalgröße der Zusammenhang

$$\frac{\partial \Phi}{\partial E} = \left(C_{\rm a} + \int_{V_{\rm s}} c_{\rm s}(\boldsymbol{r}) \mathrm{d}^3 \boldsymbol{r} \right)^{-1} \int_{V_{\rm s}} \mu_0 \frac{G(\boldsymbol{r}/w)}{w} \frac{\partial M(B(\boldsymbol{r},T))}{\partial T} \mathrm{d}^3 \boldsymbol{r} \;. \tag{2.13}$$

Hierin lässt sich die Ortsabhängigkeit der spezifischen Wärme c_s , des Geometriefaktors $G(\mathbf{r}/w)$ und der Temperaturabhängigkeit der Magnetisierung $\partial M(B(\mathbf{r},T))/\partial T$ in eine Magnetfeldabhängigkeit überführen. Somit lässt sich in Gleichung 2.13 die Integration über das Sensorvolumen V_s durch eine Integration über die Magnetfeldverteilung P(B) ersetzen. Definieren wir den Mittelwert einer Größe X als

$$\langle X \rangle_B = \int_0^\infty X P(B) \mathrm{d}B ,$$
 (2.14)

so lässt sich Gleichung 2.13 in

$$\frac{\partial \Phi}{\partial E} = \frac{V_{\rm s}}{C_{\rm a} + V_{\rm s} \langle c_{\rm s} \rangle_B} \left\langle \mu_0 \frac{G}{w} \frac{\partial M}{\partial T} \right\rangle_B \tag{2.15}$$

überführen.

2.3.4 Flussänderung im SQUID-Magnetometer

In der bisherigen Betrachtung wurde lediglich die von einem absorbierten Röntgenphoton hervorgerufene Flussänderung $\delta \Phi$ in der Detektionsspule berechnet. Allerdings sind Detektor und SQUID-Magnetometer, wie bereits in Abschnitt 2.3.1 erwähnt, räumlich voneinander getrennt und induktiv über einen supraleitenden Flusstransformator miteinander verbunden. Daher ist die experimentell zugängliche Größe gegeben durch die von einer magnetischen Flussänderung $\delta \Phi$ in der Detektionsspule verursachte magnetische Flussänderung $\delta \Phi_{\rm S}$ im SQUID-Magnetometer.

Abbildung 2.10 zeigt eine stark abstrahierte Darstellung des Stromkreises für die in dieser Arbeit verwendeten Detektoraufbauten. Der Stromkreis besteht aus zwei supraleitenden Detektionsspulen mit den Induktivitäten L_{D1} beziehungsweise L_{D2} , die supraleitend miteinander verbunden sind. Bei diesen Induktivitäten kann es sich



Abb. 2.10: Schematische Darstellung des Stromkreises für die in dieser Arbeit verwendeten Detektoren. Die durch eine Flussänderung $\delta \Phi$ induzierten Ströme in den Detektionsspulen D1, D2 beziehungsweise in der Einkoppelspule sind mit δI_1 , δI_2 und δI_I bezeichnet . Die Induktivitäten des SQUID-Magnetometers beziehungsweise der Aluminium-Bonddrähte sind mit L_S und L_w angegeben.

entweder um die in Abschnitt 2.3.1 beschriebenen, mit einem Sensor versehenen spiralförmigen Detektionsspulen oder um Lastinduktivitäten ohne Sensor handeln. Beide Spulen sind parallel zu einer weiteren Spule, der sogenannten Einkoppelspule, mit der Induktivität $L_{\rm I}$ geschaltet, mit deren Hilfe die magnetische Flussänderung $\delta\Phi$ über die Gegeninduktivität $M_{\rm IS} = k\sqrt{L_{\rm I}L_{\rm S}}$ in das SQUID-Magnetometer eingekoppelt werden. Um die Einkoppelspule des SQUID-Magnetometers mit der Detektionsspule zu verbinden, werden Aluminium-Bonddrähte verwendet, denen eine Induktivität $L_{\rm W}$ zugeordnet werden kann.

Unter Berücksichtigung der Erhaltung des magnetischen Flusses in jedem supraleitend geschlossenen Stromkreis und der Kirchhoffschen Knotenregel kann die durch eine Flussänderung $\delta \Phi$ hervorgerufene Flussänderung $\delta \Phi_{\rm S}$ im SQUID-Magnetometer abgeleitet werden [Bur04]:

$$\delta \Phi_{\rm S} = M_{\rm IS} \delta I_{\rm I} = \frac{k \sqrt{L_{\rm I} L_{\rm S}}}{\left(1 + \frac{L_{\rm D1}}{L_{\rm D2}}\right) \left(L_{\rm I} + L_{\rm W} + L_{\rm D2} - \frac{L_{\rm D2}}{1 + \frac{L_{\rm D1}}{L_{\rm D2}}}\right)} \delta \Phi .$$
(2.16)

Daraus erhält man für den Fall $L_{D1} = L_{D2} = L_D$ den Ausdruck

$$\delta \Phi_{\rm S} = \frac{k\sqrt{L_{\rm I}L_{\rm S}}}{L_{\rm D} + 2\left(L_{\rm I} + L_{\rm W}\right)} \delta \Phi \ . \tag{2.17}$$

In diesem Fall sind beide Detektionsspulen mit je einem Sensor bestückt. Wie im vorangegangenen Abschnitt gesehen, kann aufgrund der gradiometrisch verschalteten Detektionsspulen der Einfluss äußerer Temperaturschwankungen auf das Detektorsignal minimiert werden. Außerdem erhält man mit Hilfe dieser Verschaltung einen Detektor mit zwei Pixeln. In einem anderen interessanten Grenzfall mit verbesserter Flusskopplung zwischen Detektionsspule und SQUID-Magnetometer stellt L_{D1} die Induktivität einer einzelnen Detektionsspule dar, wohingegen L_{D2} eine reine Lastinduktivität ist und viel größer als L_{D1} gewählt wird, $L_{D1}/L_{D2} \ll 1$.

Des Weiteren erhält man für den Grenzfall, also in dem Fall, dass die Induktivität der Detektionsspule D2 viel größer ist als die Induktivität der Detektionsspule D1, den Zusammenhang

$$\delta \Phi_{\rm S} = \frac{k\sqrt{L_{\rm I}L_{\rm S}}}{L_{\rm D1} + L_{\rm I} + L_{\rm w}} \delta \Phi . \qquad (2.18)$$

Um ein Gefühl für die Größenordnung der auftretenden Flusskopplungsfaktoren zu erhalten, wird im Folgenden der Flusskopplungsfaktor für einen Ein-Pixel-Detektor mit $L_{\rm D} = 0.5 \,\mathrm{nH}$ bei Verwendung eines Stromsensor-SQUIDs⁶ mit den Parametern $L_{\rm I} = 1.8 \,\mathrm{nH}$ und $M_{\rm IS} = 383 \,\mathrm{pH}$ berechnet. Für die Induktivität der Verbindungsleitungen von der Detektionsschleife zur Einkoppelspule wird ein Wert von $L_{\rm W} = 0.5 \, {\rm nH}$ angenommen. Somit ergibt sich aus Gleichung 2.18, dass etwa $\delta \Phi_{\rm S}/\delta \Phi \approx 13.7 \,\%$ der Flussänderung in der Detektionsschleife in das SQUID-Magnetometer eingekoppelt wird. Dieser vergleichsweise niedrige Flusskopplungsfaktor resultiert aus der Tatsache, dass die Induktivität des SQUID-Magnetometers $L_{\rm S} \simeq 100 \,\mathrm{pH}$ nur etwa einem Fünftel der Induktivität der Detektionsspule $L_{\rm D}$ entspricht. Berücksichtigt man, dass das Flussrauschen von SQUID-Magnetometern, die am Quantenlimit betrieben werden, proportional zu $\sqrt{L_{\rm S}}$ ist, so bewirkt die Wahl kleiner SQUID-Induktivitäten zwar eine Verringerung der Signalgröße, jedoch auch eine Verringerung des Flussrauschens im SQUI-Magnetometer. Um die Verluste, die durch die Streuinduktivität $L_{\rm W}$ der Bonddrähte und die Tatsache, dass die Induktivität der Detektionsspule $L_{\rm D}$ hier systematisch kleiner als die Einkoppelinduktivität $L_{\rm I}$ ist, sinnvoll einordnen zu können, können wir den oben genannten Flusskopplungsfaktor von $\delta \Phi_{\rm S}/\delta\Phi \approx 13.7\%$ mit demjenigen eines idealen Flusstransformators $(L_{\rm W} = 0, L_{\rm D} = L_{\rm I})$ vergleichen, der für ein fiktives SQUID-Magnetometer mit $L_{\rm I} = 0.5 \,\mathrm{nH}, L_{\rm S} = 0.1 \,\mathrm{nH}$ den Wert $\delta \Phi_{\rm S}/\delta \Phi \simeq \frac{1}{2}\sqrt{L_{\rm S}/L_{\rm I}} \approx 22.4\%$ annimmt. In dem hier vorliegenden Fall beträgt die Flusskopplung etwa 61% der optimalen Flusskopplung und könnte zukünftig durch Reduktion der Streuinduktivität und SQUID-Magnetometern mit kleineren Eingangsinduktivitäten weiter verbessert werden.

⁶C4X1, Physikalisch-Technische-Bundesanstalt (PTB), Berlin

3. Optimierung des Detektordesigns

Eine wichtige Frage, die sich bei der Entwicklung eines hochauflösenden Detektors zwangsläufig stellt, besteht darin, welche Energieauflösung $\Delta E_{\rm FWHM}$ mit diesem Detektor erreicht werden kann und ob diese auf fundamentale Weise limitiert ist. Da die erreichbare Energieauflösung eines metallischen magnetischen Kalorimeters auf unterschiedliche Weise beeinflusst werden kann, ist es notwendig sich eingehend mit möglichen Rausch- beziehungsweise Störquellen zu beschäftigen. Äußere Störungen, wie etwa mechanische Vibrationen, Instabilitäten der Arbeitstemperatur oder elektromagnetische Störungen können mit Hilfe eines sorgfältig ausgeführten Aufbaus klein gehalten werden. Allerdings gibt es, wie wir in den folgenden Abschnitten sehen werden, intrinsische Rauschquellen, die das Auflösungsvermögen eines magnetischen Kalorimeters beeinträchtigen. Dazu zählen thermodynamische Energiefluktuationen zwischen verschiedenen Subsystemen des Detektors, das magnetische Johnson-Rauschen normalleitender Detektorkomponenten, das intrinsische Flussrauschen des verwendeten SQUID-Magnetometers, sowie ein in der Vergangenheit beobachteter zusätzlicher Rauschbeitrag, der wahrscheinlich durch den Sensor verursacht wird und dessen spektrale Leistungsdichte zu niedrigen Frequenzen hin proportional zu f^{-1} ansteigt.

Sowohl die einzelnen Rauschbeiträge, als auch das Detektorsignal hängen auf unterschiedliche Weise von diversen Parametern des Detektoraufbaus ab. Da alle Rausch- und Signalbeiträge gut genug verstanden und hinreichend genau parametrisierbar sind, können Optimierungsrechnungen durchgeführt werden, mit deren Hilfe sich ein Detektor für eine konkrete Anwendung mit bestmöglicher Energieauflösung entwickeln lässt. Wie man in der folgenden Diskussion sehen wird, stellen die Geometrie der Detektionsspule, die Geometrie und Konzentration des paramagnetischen Sensors, sowie der felderzeugende Dauerstrom in der Detektionsspule die wichtigen zu optimierenden Parameter dar.

3.1 Intrinsische Rauschbeiträge eines magnetischen Kalorimeters

3.1.1 Thermodynamische Energiefluktuationen

Abbildung 2.1 zeigt ein Modell eines magnetischen Kalorimeters als kanonisches Ensemble mit zwei diskreten Subsystemen. Davon stellt eines das Zeeman-System der magnetischen Momente im Sensor dar, während das andere das System der Leitungselektronen im Sensor und Absorber bezeichnet. Dabei sind C_z und C_e die Wärmekapazitäten des Zeeman- beziehungsweise Elektronensystems. Während beide Systeme über die thermische Kopplung G_{ze} untereinander Wärme austauschen können, ist das System der Leitungselektronen zusätzlich über eine weitere thermische Kopplung G_{eb} mit dem Wärmebad der Temperatur T verbunden und kann mit diesem ebenfalls Wärme austauschen. Parallel zu den Kopplungen befinden sich thermische Rauschquellen¹ P_{ze} beziehungsweise P_{eb} . Unter der Annahme, dass ein Energieein-



Abb. 3.1: Modell eines magnetischen Kalorimeters als kanonisches Ensemble mit zwei diskreten Subsystemen.

trag in den Detektor im System der Leitungselektronen instantan thermalisiert, lässt sich die zeitliche Entwicklung des Wärmeinhalts durch zwei gekoppelte Differentialgleichungen beschreiben [Fle03]. Vernachlässigt man die beiden Rauschquellen P_{ze} und P_{eb} , so lässt sich für einen äußeren Wärmeeintrag $\dot{Q}(t) = E\delta(t)$ die Punktantwortfunktion des Detektors zu

$$p(t) = \beta \left(-e^{-t/\tau_0} + e^{-t/\tau_1} \right)$$
(3.1)

berechnen, wobei $\beta = C_z/(C_z + C_e)$ den Anteil der Wärmekapazität des Zeeman-Systems an der Gesamtwärmekapazität angibt und die charakteristischen Zeitkonstanten des Systems durch τ_0 und τ_1 gegeben sind. Letztere sind Funktionen der thermischen Kopplungen G_{ze} , G_{eb} , sowie der Wärmekapazitäten C_z , C_e und beschreiben den Anstieg beziehungsweise Abfall der inneren Energie des Spinsystems. Beschränkt man sich auf positive Frequenzen, so ergibt sich für die Fouriertransformierte der Punktantwortfunktion der Ausdruck

$$|\tilde{p}(f)| \approx \frac{2\tau_1 \beta}{\sqrt{1 + (2\pi\tau_0 f)^2}\sqrt{1 + (2\pi\tau_1 f)^2}}$$
 (3.2)

¹In dieser Arbeit werden als thermische Rauschquellen Fluktuationen des Wärmeflusses durch thermische Kopplungen verstanden. Ihr Leistungsspektrum ergibt sich analog zum Nyquist-Rauschen zu $S_{P_{ez}/P_{eb}} = 4k_{\rm B}T^2G_{ez/eb}$.

Des Weiteren kann man unter der Annahme, dass $0.1 < C_z/C_e < 10$ und $\tau_0 \ll \tau_1$, aus den beiden gekoppelten Differentialgleichungen das Leistungsspektrum der Energiefluktuationen ableiten und man erhält

$$S_{\rm Ez}(f) \simeq k_{\rm B} C_{\rm z} T^2 \left((1-\beta) \frac{4\tau_0}{1+(2\pi\tau_0 f)^2} + \beta \frac{4\tau_1}{1+(2\pi\tau_1 f)^2} \right).$$
(3.3)

Unter Vernachlässigung aller anderen Rauschbeiträge ergibt sich aus den Gleichungen 3.2 und 3.3 für die Energieauflösung des Detektors näherungsweise der Ausdruck [Fle03]

$$\Delta E_{\rm FWHM} \simeq 2.35 \sqrt{4k_{\rm B}C_{\rm e}T^2} \left(\frac{1}{\beta(1-\beta)}\frac{\tau_0}{\tau_1}\right)^{1/4}.$$
 (3.4)

Wie man anhand dieser Beziehung sehen kann, ist die Energieauflösung des Detektors durch die thermodynamischen Energiefluktuationen auf fundamentale Weise limitiert, da die Anstiegszeit τ_0 des Signals aufgrund der Elektron-Spin-Relaxation endliche Werte annimmt. Darüber hinaus sind für eine geringe Energieauflösung lange Abfallszeiten τ_1 des Signals vorteilhaft. Allerdings müssen die Abfallszeiten mit der gewünschten Zählrate vereinbar sein. Weiterhin erkennt man, dass die Wahl gleicher Absorber- und Sensorwärmekapazitäten, das heißt $C_e \simeq C_z$, zu einer Minimierung der Energieauflösung führt.

3.1.2 Magnetisches Johnson-Rauschen

Ahnlich der Brownschen Molekularbewegung führen Elektronen in leitenden Materialien aufgrund ihrer thermischen Energie ungeordnete Bewegungen aus. Diese führen in der Umgebung der Elektronen zu zeitlich fluktuierenden Magnetfeldern. Befinden sich Elektronen dabei in der Nähe der Detektionsspule des Detektors, so führen die Magnetfeldfluktuationen zu einem magnetischen Flussrauschen in der Detektionsspule des Detektors und damit zu einem magnetischen Flussrauschen im SQUID-Magnetometer. Dieser Effekt wird aufgrund der Analogie zum Johnson-Rauschen elektrischer Leiter als magnetisches Johnson-Rauschen bezeichnet.

In Anlehnung an die in [Har68], [Ens00] vorgestellten Methode wurde das magnetische Johnson-Rauschen eines $0,6 \,\mu$ m hohen Sensors mit einer Grundfläche von ungefähr $A_s = 0,022 \,\mathrm{mm}^2$ bei einer Temperatur von 30 mK mit Hilfe der Finite-Elemente-Software FEMM simuliert². Der Absorber liefert keinen nennenswerten Beitrag, da er sich oberhalb der supraleitenden Abdeckung der Detektionsspule des Detektors befindet (siehe Abschnitt 2.3.1). Daher wurde dieser in der Simulation vernachlässigt.

Innerhalb der Bandbreite des in dieser Arbeit verwendeten SQUID-Magnetometers, die etwa 10 MHz beträgt, nimmt das durch das magnetische Johnson-Rauschen

²Dies entspricht Sensorabmessungen des in Abschnitt 3.3 diskutierten Ein-Pixel-Detektors.

im Sensor hervorgerufene magnetische Flussrauschen im SQUID-Magnetometer einen konstanten Wert an. Dieser beträgt für die gerade beschriebenen Detektorparameter $0,003 \,\mu \Phi_0 / \sqrt{\text{Hz}}$ und ist im Vergleich zu dem weißen Rauschen des SQUID-Magnetometers bei 30 mK um etwa zwei Größenordnungen kleiner. Das magnetische Johnson-Rauschen des Sensors stellt somit im Gesamtrauschen nur einen untergeordneten Beitrag dar.

3.1.3 Rauschen eines SQUID-Magnetometers

Typischerweise liefert ein dc-SQUID-Magnetometer (siehe Abschnitt 4.3) zwei Beiträge zum Gesamtrauschen. Diese bestehen aus einem frequenzunabhängigen weißen Anteil $\sqrt{S_{\Phi,SQ,w}}$, sowie einem niederfrequenten Anteil $\sqrt{S_{\Phi,SQ,1/f}} \propto f^{-0.5}$ [Tes77]. Während die Ursache des 1/f-Rauschens nicht vollständig geklärt ist, rührt das weiße Rauschen von temperaturabhängigem Stromrauschen der normalleitenden Shunt-Widerstände im SQUID-Magnetometer her.

Typische Werte für das Flussrauschen von guten dc-SQUID-Magnetometern mit Eigeninduktivitäten von $L_{\rm S} \approx 100 \,\mathrm{pH}$ liegen heutzutage bei $\sqrt{S_{\Phi,{\rm SQ,w}}} \approx 0.3 \,\mu \Phi_0 / \sqrt{\text{Hz}}$ für den weißen Anteil und $\sqrt{S_{\Phi,{\rm SQ,1/f}}} \mid_{1 \,\mathrm{Hz}} \approx 5 \,\mu \Phi_0 / \sqrt{\text{Hz}}$ für den 1/f-Anteil.

3.1.4 1/*f*-Rauschen der Erbium-Ionen

Ein weiterer Beitrag zum Gesamtrauschen, der bislang in allen hochauflösenden magnetischen Kalorimetern beobachtet wurde, wird den magnetischen Momenten der Erbium-Ionen im Sensormaterial zugeordnet und zeigt eine Frequenzabhängigkeit der Form $S_{\Phi} \propto 1/f$ [Fle03]. Darüber hinaus scheint die spektrale Leistungsdichte proportional zur Anzahl der Erbium-Ionen im Sensor und im Bereich von 30 mK bis 4,2 K temperaturunabhängig zu sein. Empirisch lässt sich dieser Rauschbeitrag parametrisieren durch

$$S_{\Phi,\mathrm{Er}}(f) \propto N_{\mathrm{Er}} S_{\mathrm{m}}(1\,\mathrm{Hz}) \frac{1\,\mathrm{Hz}}{\mathrm{f}},$$
(3.5)

wobei $N_{\rm Er}$ der Anzahl der Erbium-Ionen und $S_{\rm m}(1\,{\rm Hz}) \simeq 0.12 \frac{\mu_{\rm B}^2}{{\rm Hz}}$ der spektrale Rauschbeitrag der Fluktuation der *t*-Komponente des magnetischen Moments eines Er-Ions entspricht.

3.2 Energieauflösung eines magnetischen Kalorimeters

Berücksichtigt man, dass alle zuvor genannten Rauschbeiträge voneinander unabhängig sind, so lassen sich diese inkohärent addieren und man erhält für das Gesamtrauschen im SQUID-Magnetometer den Ausdruck

$$S_{\Phi,\text{ges}}(f) = \frac{\delta\Phi_{\text{S}}}{\delta\Phi} \left(\frac{1}{\beta} \frac{\mathrm{d}\Phi}{\mathrm{d}E} S_{E_{\text{Z}}}(f) + S_{\Phi,\text{Er}}(f) + S_{\Phi,\text{J,sens}} + S_{\Phi,\text{J,abs}} \right) + S_{\Phi,\text{SQ},\text{w}} + S_{\Phi,\text{SQ},1/f}(f) .$$
(3.6)

Dies lässt sich in das scheinbare Rauschen des Energieinhalts der magnetischen Momente transformieren

$$S_{EZ,ges}(f) = \frac{\beta}{\delta\Phi_S/\delta\Phi} \frac{dE}{d\Phi} S_{\Phi,ges}.$$
(3.7)

Somit ergibt sich für das Signal-zu-Rauschen-Verhältnis der Ausdruck

$$SNR(f) = \frac{\tilde{p}(f)}{\sqrt{S_{E_{z,ges}}(f)}} .$$
(3.8)

Hierin steht $\tilde{p}(f)$ für die in Gleichung 3.2 angegebene Fouriertransformierte der Punktantwortfunktion. Wie in [Fle05] vorgestellt, lässt sich die Energie eines einzelnen Detektorsignals durch die Verwendung eines optimalen Filters abschätzen. Die Standardabweichung beziehungsweise die Breite dieser Verteilung auf halber Höhe (FWHM) der mit diesem Verfahren ermittelten Energie entspricht der Energieauflösung des Detektors und lautet

$$\Delta E_{\rm FWHM} = \frac{2\sqrt{2\ln(2)}}{\sqrt{\int_0^\infty \left(SNR(f)\right)^2 \mathrm{d}f}} \,. \tag{3.9}$$

3.3 Optimierung der Energieauflösung

Abhängig von der Anwendung, für die ein Detektor vorgesehen ist, werden unterschiedliche Anforderungen an diesen gestellt. Neben Anstiegs- und Abfallszeiten gehören hierzu vor allem die Detektionsfläche, sowie die Quanteneffizienz. Der im Rahmen dieser Arbeit entwickelte Detektor ist für die hochauflösende Spektroskopie von niederenergetischen Röntgenphotonen bis etwa 10 keV vorgesehen. Er soll eine Detektionsfläche von $250 \,\mu\text{m} \times 250 \,\mu\text{m}$ haben, sowie eine Quanteneffizienz von 99 % besitzen. Als Absorbermaterial wurde Gold gewählt, da Gold aufgrund seiner hohen Kernladungszahl eine hohe Absorptionswahrscheinlichkeit für Röntgenphotonen zeigt. Die Dicke des Goldabsorbers muss mindestens 5 μ m betragen, damit die gewünschte Quanteneffizienz von 99 % erreicht werden kann. Weitere Vorteile von Gold sind, dass es in hoher Reinheit hergestellt werden kann, eine gute Wärmeleitfähigkeit³

³Eine gute Wärmeleitfähigkeit des Absorbermaterials ist notwendig, um eine hinreichend schnelle Thermalisierung zu gewährleisten.

besitzt und sich vergleichsweise einfach prozessieren lässt. Somit ist die Absorberwärmekapazität für eine gegebene Temperatur $C_{\rm a}(T)$ festgelegt und beträgt bei 50 mK etwa 1 pJ/K. Diese Absorbergeometrie wurde für den in dieser Arbeit entwickelten Zwei-Pixel-Detektor realisiert.

Eine vielversprechende Alternative zu Gold als Absorbermaterial stellt Bismut dar. Verglichen mit Gold besitzt Bismut eine höhere Kernladungszahl, wodurch die Absorptionswahrscheinlichkeit für Röntgenphotonen erhöht wird. Außerdem hat ein solcher Bismutabsorber aufgrund der kleineren elektronischen Zustandsdichte bei gleicher Detektionsfläche allerdings nur eine Wärmekapazität von $C_{\rm a} = 0.25 \, {\rm pJ/K}$ bei 50 mK. Dieser Wert berücksichtigt bereits eine zusätzliche Goldschicht als Thermalisierungshilfe. Die Dicke dieser Schicht beträgt etwa 20 % der Dicke des Bismutabsorbers. Da sich, wie in Kapitel 2.3.3 beschrieben, kleine Wärmekapazitäten positiv auf die erreichbare Energieauflösung auswirken, wurde ferner ein Ein-Pixel-Detektor mit einer solchen Absorberwärmekapazität entwickelt. Allerdings ist das Aufbringen von Bismutabsorbern ein aufwändiger Prozess [Vai04], der bislang im institutseigenen Reinraum noch nicht zuverlässig durchgeführt werden kann. Aus diesem Grund wurde für Testzwecke anstelle eines Bismutabsorbers ein Goldabsorber mit einer Dicke von 5 μ m verwendet, dessen Detektionsfläche so angepasst wurde, dass die Wärmekapazität bei 50 mK etwa $C_{\rm a} = 0.25 \, {\rm pJ/K}$ beträgt. Sobald der Abscheidungsprozess von Bismut zuverlässig durchgeführt werden kann, lässt sich ein entsprechender Bismutabsorber ohne weitere Veränderungen aufbringen.

Wie in Abschnitt 2.3.4 gezeigt, ist bei fest vorgegebenen Eigenschaften des verwendeten SQUID-Magnetometers die Energieauflösung des Detektors von den folgenden Größen abhängig:

$$\Delta E_{\rm FWHM} = \Delta E_{\rm FWHM} \left(T, C_{\rm a}, g, \alpha, x, A_{\rm s}, h_{\rm s}, I, w, p \right)$$
(3.10)

Hierbei steht T für die Temperatur und C_a für die Absorberwärmekapazität. Darüber hinaus stellen die Größen g und α das gyromagnetische Verhältnis und den Wechselwirkungsparameter der Erbium-Ionen in <u>Au</u>:Er dar. Die Parameter A_s, h_s und x definieren die Fläche und die Höhe des Sensors, sowie die darin enthaltene Erbiumkonzentration. Ferner bezeichnen die Größen w und p die Breite, sowie den Mitte-zu-Mitte-Abstand der Spiralbahnen der Detektionsspule und I den darin fließenden magnetfelderzeugenden Dauerstrom.

Für die Bestimmung der optimalen Detektorparameter ist zu beachten, dass einige Größen fest vorgegeben sind. So ist etwa die Absorberwärmekapazität C_a für den Ein-Pixel-Detektor auf 0,25 pJ/K und für den Zwei-Pixel-Detektor auf 1 pJ/K bei 50 mK festgesetzt. Außerdem sind die Werte g = 6,8 und $\alpha = 5$ durch die Wahl von <u>Au</u>:Er als Sensormaterial fest vorgegeben (siehe Abschnitt 2.2). Für die im folgenden diskutierte Optimierung wollen wir des Weiteren annehmen, dass die Niob-Bahnbreite auf
$w = 5,5 \,\mu$ m und der Mitte-zu-Mitte-Abstand der Niobbahnen auf $p = 7 \,\mu$ m festgelegt ist. Generell ist es vorteilhaft w bei gegebenem p so groß wie möglich zu wählen, jedoch ist es im Reinraum des Instituts bislang noch nicht möglich für einen gegebenen Mitte-zu-Mitte-Abstand $p = 7 \,\mu$ m größere Breiten als $w = 5,5 \,\mu$ m zuverlässig herzustellen, da der Spalt zwischen den Bahnen auf Werte größer als $1,5 \,\mu$ m limitiert ist. Ferner wird eine Badtemperatur von 30 mK angenommen. Somit ist die Energieauflösung nur noch von den Größen $h_{\rm s}, A_{\rm s}, x$ und I abhängig und lässt sich durch Variation dieser minimieren.

T [mK]	$ig egin{array}{c} C_{ m a}(T) \ [m pJ/K] \end{array}$	$egin{array}{c c} h_{ m s} \ [\mu { m m}] \end{array}$	$\begin{array}{c} A_{\rm s} \\ [\rm mm^2] \end{array}$	$\begin{vmatrix} x\\ [ppm] \end{vmatrix}$	$\begin{bmatrix} I \\ [mA] \end{bmatrix}$	$\begin{vmatrix} \Delta E_{\rm FWHM} \\ [eV] \end{vmatrix}$
30 30	$0,\!15 \\ 0,\!6$	0,59 1,32	$\begin{array}{c} 0{,}022\mathrm{mm^2} \\ 0{,}032\mathrm{mm^2} \end{array}$	208 250	$\begin{array}{c} 27 \\ 25 \end{array}$	0,80 1,98

Tab. 3.1: Ergebnisse der Optimierungsrechnung für zwei unterschiedliche Detektoren. Erste Zeile: Ein-Pixel-Detektor. Zweite Zeile: Zwei-Pixel-Detektor.

Die Ergebnisse der Optimierungsrechnung für die beiden zuvor genannten Detektoren sind in Tabelle 3.1 gezeigt. Für das Auslesen des Detektors wurde eines der momentan besten SQUID-Magnetometer⁴ mit den Induktivitäten $L_{\rm I} = 1,8$ nH und $M_{\rm IS} = 383$ nH, sowie einem Rauschen von $\sqrt{S_{\Phi,\rm SQ,w}} = 0.5 \,\mu \Phi_0 / \sqrt{\text{Hz}}$ und $\sqrt{S_{\Phi,\rm SQ,1/f}} \mid_{1\,\rm Hz} = 5 \,\mu \Phi_0 / \sqrt{\text{Hz}}$ angenommen. Darüber hinaus wurde angenommen, dass die thermische Kopplung zwischen Absorber, Sensor und Wärmebad zu einer Signalanstiegszeit von $\tau_0 = 1 \,\mu$ s und einer Signalabfallszeit von $\tau_1 = 1$ ms führt.

Abbildung 3.2 zeigt, wie stark sich die Energieauflösung eines Ein-Pixel-Detektors vom Optimum entfernt, wenn nicht die optimalen Detektorparameter gewählt werden. Im linken Diagramm ist die Variation der Energieauflösung als Funktion der Sensorhöhe und der Erbiumkonzentration, im rechten Diagramm als Funktion des Feldstromes und der Erbiumkonzentration dargestellt. In beiden Fällen wurde die Temperatur auf 30 mK und die Sensorfläche auf $0,022 \text{ mm}^2$ festgelegt. Im linken Diagramm wurde für den Feldstrom ein Wert von I = 27 mA gewählt, im rechten Diagramm wurde die Sensorhöhe auf einen Wert von $h = 0,6 \mu \text{m}$ festgelegt. Beide Abbildungen zeigen, dass das Minimum der Energieauflösung sehr flach ist und somit kleine Abweichungen von den optimalen Detektorparametern zu einer Energieauflösung führen, die sich nur geringfügig vom Optimum unterscheidet. Daher müssen die optimalen Detektorparameter bei der Herstellung der Detektoren nicht sehr präzise eingehalten werden. So kann etwa die Konzentration der Erbiumionen im Sensor nur mit einer Toleranz von etwa $\pm 30 \text{ ppm}$ eingestellt wird.

⁴C4X1, PTB, Berlin

⁵Dieser Prozess wird detailliert in [Fle09] beschrieben.



Abb. 3.2: Abweichung vom Optimum der Energieauflösung in Prozent als Funktion von Sensorhöhe und Erbiumkonzentration (**links**) beziehungsweise als Funktion von Feldstrom und Erbiumkonzentration (**rechts**). Das Optimum der Energieauflösung beträgt 0.8 eV bei einer Sensorhöhe von $0.6 \,\mu\text{m}$, einem Feldstrom von $27 \,\text{mA}$ und einer Erbiumkonzentration von $208 \,\text{ppm}$.

3.4 Entwicklung neuer Detektordesigns

Ausgehend von der in Abschnitt 2.3.1 vorgestellten spiralförmigen Detektorgeometrie wurden zwei neue Detektordesigns entwickelt. Diese sollen im Folgenden näher beschrieben werden.



Abb. 3.3: Schematische Darstellung der aus acht Zwei-Pixel-Detektoren und somit sechzehn Pixeln bestehenden Detektorzeile. Betrachtet man die Zeile von links nach rechts, so befindet sich zum Beispiel unter der Beschriftung "1a" das zum ersten Zwei-Pixel-Detektor gehörende erste Pixel der Zeile. Der mit einem roten Kasten markierte Bereich beinhaltet einen Zwei-Pixel-Detektor und wird in der nächsten Abbildung ausführlich beschrieben.

Auf Basis der in Abschnitt 3.3 vorgestellten Optimierungsrechnung für einen Zwei-Pixel-Detektor mit gradiometrisch verschalteten Detektionsspulen wurde das in den Abbildungen 3.3 und 3.4 gezeigte Design entwickelt. Abbildung 3.3 zeigt die aus acht Zwei-Pixel-Detektoren und somit sechzehn Pixeln bestehende Detektorzeile mitsamt aller Zuleitungen für Feld- und Heizerstöme. Der mit einem roten Kasten markierte



Abb. 3.4: Detailansicht des gradiometrisch aufgebauten magnetischen Kalorimeters. Links: Geometrie der spiralförmigen Detektionsspule. Die grünen Flächen stellen Verbindungspunkte zur darüber befindlichen, im rechten Bild in Rot, dargestellten Niobschicht dar.

Rechts: Schematische Darstellung des gesamten Detektors. a) Sensor und Detektionsspule (2.Lage), b) Absorber, c) Absorberstämme, d) Kontaktierung des Sensors, e) Au:Pd-Widerstand, f) Gold-Steg zur Thermalisierung, g) chipinternes Wärmebad, h) supraleitende Abdeckungen.

Bereich entspricht eines der insgesamt acht Zwei-Pixel-Detektoren und ist in Abbildung 3.4 vergrößert dargestellt und detailliert beschrieben.

Abbildung 3.4 links zeigt die spiralförmige Geometrie des gradiometrisch aufgebauten Zwei-Pixel-Detektors (1a und 1b), sowie die nötigen Zuleitungen für Feld- und Heizerstrom. In Abbildung 3.4 rechts ist die supraleitende Deckschicht (rote Kreise, a) der spiralförmigen Detektionsspule zu sehen. Unmittelbar darunter befindet sich der Sensor (nicht zu sehen).

Das zur Ausrichtung der magnetischen Momente im Sensor benötigte Magnetfeld kann, wie in Abschnitt 2.3.1 erwähnt, mit Hilfe eines in die Detektionsspule eingeprägten Dauerstromes realisiert werden. Die Einprägung⁶ dessen erfordert einen Dauerstrom-Schalter (siehe Abbildung 3.4 links) über den man die geschlossene supraleitende Schleife an einer Stelle gezielt unterbrechen kann. Als Schalter dient ein Widerstand aus einer Gold-Palladium Legierung, die sich elektrisch isoliert oberhalb eines supraleitenden Leitungsstücks befindet und dieses lokal auf über 9,25 K

 $^{^{6}}$ Eine detailliertere Beschreibung der Präparation des Dauerstroms ist in Abschnitt 4.5 zu finden.

erwärmen kann.

Weiterhin sind die beiden quadratischen Absorber (schraffierte Flächen, b) dargestellt, welche über je fünf Stämme (c) mit dem Sensor thermisch verbunden sind. Um den Verlust athermischer Phononen in der frühen Phase der Thermalisierung der in den Absorber eingebrachten Energie an das Substrat zu reduzieren, beträgt die Kontaktfläche zwischen Absorber und Stämmen nur etwa 1,5 % der Absorberfläche.

Des Weiteren wurde über eine normalleitende Sensorkontaktierung (d), die Möglichkeit geschaffen, wohldefinierte Temperaturpulse im Sensor zu generieren, indem man durch diese einen Strom treibt. Der elektrische Widerstand dieser Kontaktierung beträgt bei tiefen Temperaturen etwa $5 \text{ m}\Omega$. Somit ließe sich zum Beispiel das thermische Übersprechen zwischen verschieden weit entfernten Pixeln untersuchen.

Zwischen den Bondpads zur Einkoppelspule des SQUID-Magnetometers befindet sich ein Widerstand aus einer Gold-Palladium Legierung (e), dessen Widerstandswert bei etwa 10 Ω liegt. Zusammen mit den Induktivitäten von Detektions- und Einkoppelspule bildet dieser einen Tiefpass. Dieser Tiefpass dient dazu, hochfrequente Störsignale zu filtern und vom dc-SQUID-Magnetometer induzierte Wirbelströme im Sensor zu reduzieren. Mit einer Detektionsspuleninduktivität von $L_{\rm D} = 900$ pH ergibt sich für den Tiefpass eine Grenzfrequenz von $f_{\rm g} = 4$ GHz.

Um die Thermalisierungszeit τ_1 des Sensors nach Absorption eines Röntgenphotons einzustellen, ist der Sensor über einen etwa 40 μ m breiten, 200 μ m langen und 0,2 μ m hohen Gold-Steg (f) mit einem chipinternen Wärmebad (g) verbunden. Der so dimensionierte Gold-Steg besitzt bei tiefen Temperaturen einen elektrischen Widerstand von etwa 0,5 Ω und sollte zu einer Signalabfallszeit von etwa $\tau_1 = 1$ ms führen. Das chipinterne Wärmebad ist über Gold-Bonddrähte mit dem Chiphalter aus Kupfer verbunden und gewährleistet somit einen guten thermischen Kontakt zwischen Detektorchip und Kryostat.

Des Weiteren wurden Strukturen wie die Leitungen, die von der Detektionsspule zum Heizer oder zur Einkoppelspule des SQUID-Magnetometers führen, sowie die Leitungen die zur Sensorkontaktierung führen mit supraleitenden Streifen abgedeckt. Aufgrund des Meißner-Ochsenfeld-Effekts wird damit das Magnetfeld zwischen den Leitungen reduziert. Dies führt zu einer Reduktion der parasitären Induktivitäten.

Bei der Entwicklung des Chipdesigns waren sowohl die Gesamtdetektionsfläche, als auch die Energieauflösung für die Absorption niederenergetischer Röntgenphotonen bis 6 keV feste Parameter. Pro Pixel wurde eine Absorptionsfläche von $250 \,\mu\text{m} \times 250 \,\mu\text{m}$ gewählt und insgesamt acht Detektoren beziehungsweise sechzehn Pixel in einer Reihe angeordnet. Diese können unabhängig voneinander ausgelesen werden. Um eine Quanteneffizienz von 99 % für niederenergetische Röntgenphotonen mit einer Energie bis 6 keV zu realisieren, muss der Goldabsorber 5 μ m dick sein.



Abb. 3.5: Detailansicht des Aufeines hochauflösenden baus magnetischen Kalorimeters: Ein-Pixel-Detektor mit Lastinduktivität. Links: Geometrie der spiralförmigen Detektionsspule. Die grünen Flächen stellen Verbindungspunkte zur darüber befindlichen, im rechten Bild in Rot dargestellten Niobschicht dar. **Rechts:** Schematische Darstellung des gesamten Detektors. Zur besseren Sichtbarkeit ist in diesem Bild das chipinterne Wärmebad verklei-

Damit ist die Absorberwärmekapazität auf 1 pJ/K bei 50 mK festgelegt. Unter jedem Absorber befindet sich ein <u>Au</u>:Er-Sensor. Der Sensor besitzt eine Grundfläche, die etwas kleiner als die des Absorbers ist und eine Höhe von 1,3 μ m. Zum Auslesen der Magnetisierungsänderung befindet sich dieser, wie bereits in Abschnitt 2.3.1 beschrieben, zwischen der Detektionsspule, einer planaren spiralförmigen Spule mit einer Bahnbreite von $w = 5,5 \,\mu$ m und einem Mitte-zu-Mitte-Abstand von $p = 7 \,\mu$ m und einer supraleitenden Deckschicht durch die auch der elektrische Kontakt zu dem Ende der Spiralbahn hergestellt wird, das sich im Zentrum der Spirale befindet.

Des Weiteren wurde auf der Grundlage der im vorigen Abschnitt vorgestellten Optimierungsrechnung eines Ein-Pixel-Detektors mit Lastinduktivität das in Abbildung 3.5 dargestellte Detektordesign realisiert. Dargestellt ist ein Ein-Pixel-Detektor (Abb. 3.5), der parallel zu einer Lastinduktivität verschaltet ist, welche aus vier planaren spiralförmigen Spulen besteht und eine Gesamtinduktivität von etwa 80 nH besitzt. Diese Spulen sind als Gradiometer 2. Ordnung verschaltet, um sowohl unempfindlich auf äußere Magnetfelder, als auch auf äußere Magnetfeldgradienten zu sein. Der Durchmesser des Goldabsorbers beträgt 134 μ m bei einer Höhe von 5 μ m und ist, genau wie der zuvor diskutierte Zwei-Pixel-Detektor auch, über fünf Stämme, welche jeweils einen Durchmesser von 14 μ m und eine Länge von etwa 4,5 μ m haben, mit dem Sensor verbunden. Mit diesen Parametern ist die Absorberwärmekapazität bei 50 mK auf etwa 0,25 pJ/K festgelegt. Unter dem Absorber befindet sich ein 0,6 μ m hoher Sensor, dessen Grundfläche etwas größer als die des Absorbers ist. Verwendet man hingegen, wie in Abschnitt 3.3 beschrieben, statt eines Goldabsorbers zukünftig einen Bismutabsorber, so lässt sich die Absorberfläche bei gleichbleibender Absorberwärmekapazität auf etwa das Vierfache vergrößern. Somit wäre der Absorber deutlich größer als der darunter befindliche Sensor. Zum Auslesen der Magnetisierungsänderung befindet sich dieser, wie zuvor beschrieben, zwischen einer planaren spiralförmigen Detektionsspule und einer supraleitenden Abschirmung.

Die Thermalisierungszeit des Sensors nach Absorption eines Röntgenphotons wurde, wie für den Zwei-Pixel-Detektor auch, über einen etwa 20 μ m breiten, 200 μ m langen und 0,2 μ m hohen Gold-Steg eingestellt. Damit sollte die Signalabklingzeit etwa $\tau_1 = 1 \text{ ms}$ betragen. Wie oben bereits beschrieben, wurde auf dieselbe Weise wie für den Zwei-Pixel-Detektor ein *LR*-Tiefpass realisiert. Der Widerstand der Gold-Palladium Legierung beträgt in diesem Fall 10 Ω und führt zusammen mit der Detektionsspuleninduktivität von $L_D = 600 \text{ pH}$ und der Induktivität der Einkoppelspule zu einer Grenzfrequenz von $f_g = 2 \text{ GHz}$. Ebenfalls realisiert sind die oben beschriebene Kontaktierung des Sensors, für das Einbringen von Heizpulsen, sowie die supraleitenden Leitungsabschirmungen.

4. Experimentelle Methoden

4.1 Erzeugung tiefer Temperaturen

Wie in Abschnitt 2.1 beschrieben, liegt die Betriebstemperatur eines magnetischen Kalorimeters typischerweise deutlich unter 100 mK. Einen Überblick über Kühltechniken, mit denen solche Temperaturen erreicht werden können, ist zum Beispiel in [Pob92] zu finden. Im Rahmen dieser Arbeit wurde zum Erreichen tiefer Temperaturen ein adiabatischer Elektronenspin-Entmagnetisierungskryostat (ADR¹-Kryostat) verwendet. Da das Kühlprinzip eines ADR-Kryostaten zum Beispiel in [Ens05] detailliert beschrieben wurde, wird an dieser Stelle auf eine genauere Beschreibung dessen verzichtet. Stattdessen soll im Folgenden auf einige Besonderheiten des verwendeten Kryostaten eingegangen werden.



Abb. 4.1: Schematisches Schnittbild durch den verwendeten ADR-Kryostaten. Die beiden paramagnetischen Salzpillen, GGG und FAA, werden von Kevlar-Fäden (K) gehalten und können über einen mechanischen Wärmeschalter (S) thermisch an die 4 K-Platte angekoppelt werden. Die Experimentierplattform, auf der sich die Detektoren und die SQUID-Magnetometer (D) befinden, steht in gutem thermischen Kontakt mit der FAA-Pille.

In Abbildung 4.1 ist ein vereinfachtes Schnittbild durch den im Rahmen dieser Arbeit verwendeten ADR-Kryostaten gezeigt. Der zentrale Bestandteil dieses Kryostaten sind zwei paramagnetische Salzpillen, GGG² und FAA³, welche unterschiedliche Konzentrationen an magnetischen Momenten besitzen. Die GGG-Pille hat infolge ihrer höheren Konzentration an magnetischen Momenten zwar eine höhere Wärmekapazität, jedoch erreicht sie aufgrund der stärkeren inneren Magnetfelder keine so

 $^{^1\}mathrm{Akronym}$ für Adiabatic Demagnetization Refrigerator

²Akronym für Gadolinium-Gallium-Granat: Gd₃Ga₅O₁₂

³Akronym für Eisen-Ammonium-Alaun: $Fe_2(SO_4)_3(NH_4)_2SO_4 \cdot 24H_2O_4$

niedrige Endtemperatur wie die FAA-Pille. Sie dient hauptsächlich als Wärmesenke und soll die FAA-Pille vor parasitären Wärmeeinträgen schützen. Die GGG-Pille ist über Kevlar-Fäden an der Bodenplatte des Heliumbades, der sogenannten 4 K-Platte, befestigt. Die FAA-Pille ist an der GGG-Pille ebenfalls über Kevlar-Fäden aufgehängt und durch einen Kupferstab thermisch mit der Experimentierplattform verbunden. Auf dieser werden die Detektoren und SQUID-Magnetometer befestigt. Während des Aufmagnetisierens der beiden Pillen sind diese über einen mechanischen Wärmeschalter in thermischem Kontakt mit der 4 K-Platte. Um die dafür notwendigen Magnetfelder zu erzeugen, wird eine supraleitende Magnetspule verwendet, in deren Bohrung das Isolationsvakuum hineinragt und die beiden Pillen angeordnet sind. Die Spule selbst ist von flüssigem Helium umgeben und erreicht Magnetfelder von bis zu 6 T.

Die Temperatur der 4K-Platte lässt sich auf etwa 1,5K erniedrigen, indem am Heliumbad gepumpt wird. Während die GGG-Pille bei gepumptem Heliumbad und vollständiger Entmagnetisierung eine Endtemperatur von etwa T=250 mK erreicht, beträgt die Endtemperatur der FAA-Pille etwa T=22 mK. Die Standzeit des Kryostaten bei Temperaturen unter 30 mK beträgt mehr als 48 h.

Die Temperatur der Experimentierplattform wird mit Hilfe eines Rutheniumoxid-Widerstandsthermometers⁴ gemessen. Dafür wird dessen Widerstand über eine Widerstandsbrücke⁵ mittels Vierdrahtmessung bestimmt und anhand der Kalibrationskurve eine Temperatur zugeordnet. Aus der relativen Messgenauigkeit der Widerstandsmessbrücke und der relativen Empfindlichkeit des Widerstandsthermometers erhält man für die relative Temperaturgenauigkeit einen Wert von etwa $\Delta T/T \simeq 0.6 \cdot 10^{-4}$. Diese Genauigkeit ist gerade nicht mehr ausreichend, um den Betrieb von Detektoren mit $E/\Delta E_{\rm FWHM} > 3000$ ohne weitere Korrekturen zu gewährleisten.

4.2 Herstellung der Detektoren

Die beiden in Abschnitt 3.4 beschriebenen Detektordesigns wurden im Reinraum des Instituts mittels Mikrostrukturierung hergestellt. Wie in Tabelle 4.1 gezeigt, werden hierfür verschiedene leitende und nichtleitende Materialien nacheinander auf einem Substrat aufgebracht. Als Substrat wurde für die im Rahmen dieser Arbeit hergestellten Detektoren ein 330 μ m dicker Siliziumwafer mit einem Durchmesser

⁴Dieses Thermometer wurde am Walther-Meißner-Institut in München kalibriert und besitzt im Temperaturbereich von 21 mK bis 40 mK eine relative Empfindlichkeit von $d \log(R)/d \log(T) = -1.5$.

 $^{^5\}mathrm{AVS}\text{-}47,$ Pico Watt Elektronika, Finnland; relative Genauigkeit der Widerstandsmessung: $\Delta R/R = 1\cdot 10^{-4}.$

Lage	Struktur	Material	Höhe	Haftvermittler
1	Zuleitungen, Detektionsspule	Nb	400 nm	-
2a 2b	Isolation Isolation	$\frac{\mathrm{Nb_2O_5}^6}{\mathrm{Si_3N_4}^7}$	$\begin{array}{c c} 25{\rm nm}{-}50{\rm nm} \\ 175{\rm nm} \end{array}$	
3	Widerstände	<u>Au</u> :Pd	$75\mathrm{nm}$	Ti (5 nm)
4	Thermalisierungs- strukturen	Au _{RRR=2}	200 nm	Nb ($<2\mathrm{nm}$)
5	Sensoren	$\frac{\underline{Au}:^{168}Er_{210ppm}}{[\underline{Au}:^{168}Er_{230ppm}]}$	$600{ m nm}$ [1,3 $\mu{ m m}$]	Nb ($<2\mathrm{nm}$)
6	Isolation	$\mathrm{Si}_3\mathrm{N}_4$	200 nm	_
7	Kontaktierungen, Detektionsspule	Nb	600 nm	_
8a 8b	Keimschicht ⁸ Opferlage	Au _{RRR=2} Nb	$\begin{array}{c} 200\mathrm{nm} \\ 15\mathrm{nm} \end{array}$	
9	Absorber	Au _{RRR=7}	$5\mu{ m m}$	-

Tab. 4.1: Übersicht über die Schichtreihenfolge, aus denen die einzelnen Detektoren aufgebaut sind, sowie der zugehörigen Strukturen, Materialien und Strukturhöhen. Diese Tabelle gilt für den in Abschnitt 3.3 genannten Ein-Pixel-Detektor, wobei sich die in eckigen Klammern stehenden Werte auf den im selben Abschnitt diskutierten Zwei-Pixel-Detektor beziehen.

von 50,8 mm verwendet. Zur elektrischen Isolation ist dieser Wafer mit einer 240 nm dicken thermisch oxidierten Schicht versehen. Auf die verschiedenen Strukturierungsund Depositionstechniken, die verwendeten Materialien, sowie die Prozessparameter, die hierfür angewandt wurden, wurde in [Pie08], sowie [Fle09] bereits ausführlich eingegangen.

Im Unterschied zu den in den zuvor genannten Quellen diskutierten Detektoren muss im hier vorliegenden Detektordesign die zweite Nioblage ebenfalls den magnetfelderzeugenden Dauerstrom tragen. Diese Nioblage wird über dem paramagnetischen Sensor aufgebracht. Daher muss der Sensor durch eine zusätzliche Isolationsschicht von der darüberliegenden Niobschicht getrennt sein, um galvanischen Kon-

 $^{^6\}mathrm{Nb}_2\mathrm{O}_5$ wird durch Anodisierung des im vorherigen Schritt aufgebrachten Niobs hergestellt.

 $^{^7\}mathrm{Si}_3\mathrm{N}_4$ wird durch Kathodenzerstäubung eines $\mathrm{Si}_3\mathrm{N}_4\text{-}\mathrm{Targets}$ aufgebracht.

 $^{^{8}\}mathrm{Bei}$ dieser Keimschicht handelt es sich um die Gegenelektrode, die zum Galvanisieren des Goldabsorbers benötigt wird.

takt zu vermeiden. Da die zweite Nioblage auf den $0.6 \,\mu$ m hohen Sensor laufen muss, wurde der Sensor mit einem abfallenden Kantenprofil strukturiert, sodass eine zuverlässige Kontaktierung der zweiten Niobschicht auf dem Sensor gewährleistet werden kann.

4.3 dc-SQUID-Magnetometer

4.3.1 Eigenschaften eines dc-SQUIDs

Die zur Zeit empfindlichsten Messgeräte für magnetische Flussänderungen sind sogenannte SQUID-Magnetometer. Im Rahmen dieser Arbeit wurden dc-SQUID-Magnetometer verwendet, welche zwei Josephson-Kontakte⁹ besitzen. SQUID-Magnetometer nutzen die Tatsache aus, dass sich die Cooper-Paare in Supraleitern durch eine gemeinsame makroskopische Wellenfunktion beschreiben lassen. Dies führt zum einen zur Quantisierung des magnetischen Flusses in geschlossenen, supraleitenden Schleifen und zum anderen zu den sogenannten Josephson-Effekten, welche das kohärente Tunneln von Cooper-Paaren durch Josephson-Kontakte beschreiben. Eine detaillierte Beschreibung der Flussquantisierung, sowie der Josephson-Effekte ist in [Jos62] zu finden.



Abb. 4.2: a) Schematische Darstellung eines dc-SQUID-Magnetometers. b) Strom-Spannungs-Charakteristik für $\Phi = n\Phi_0$ und $\Phi = (n + 1/2)\Phi_0$. c) Spannungsabfall über dem SQUID bei konstantem Strom als Funktion des magnetischen Flusses. Abb. nach [Wei96].

Wie bereits erwähnt und in Abbildung 4.2a) dargestellt, besteht ein dc-SQUID-Magnetometer aus einer supraleitenden Leiterschleife, die an zwei Punkten durch

⁹Unter einem Josephson-Kontakt versteht man extrem dünne, nichtleitende Barrieren, deren Dicke wenige Nanometer beträgt. Diese werden häufig durch dünne Metalloxidschichten realisiert und mit Hilfe von Verfahren der Dünnschichttechnologie hergestellt.

Josephson-Kontakte unterbrochen ist. An diesen dünnen Isolationsschichten kann magnetischer Fluss in das SQUID-Magnetometer eindringen oder austreten. Parallel zu den Josephson-Kontakten sind Shunt-Widerstände angebracht, um ein hysteretisches Verhalten des SQUID-Magnetometers zu verhindern [Cla04]. Treibt man einen Betriebsstrom $I_{\rm b}$ durch das SQUID-Magnetometer, so tunneln die Cooper-Paare bis zum Erreichen eines kritischen Stroms I_c kohärent durch die Isolationsschichten. Daher fällt keine Spannung über dem SQUID-Magnetometer ab. Der Wert des kritischen Stroms hängt sowohl von der Fläche und Dicke der Isolationsschichten, als auch auf periodische Weise von dem magnetischen Fluss Φ , der die Fläche des SQUID-Magnetometers durchsetzt, ab. Er ist maximal für $\Phi = n\Phi_0$ und minimal für $\Phi = (n + 1/2) \Phi_0$ (siehe Abbildung 4.2b)). Hierbei bezeichnet *n* eine ganze Zahl und $\Phi_0 = h/2e = 2.07 \cdot 10^{-15}$ Vs das magnetische Flussquant. Oberhalb des kritischen Stroms zeigt das SQUID-Magnetometer einen endlichen Spannungsabfall. Dieser ist durch die Quasiteilchencharakteristik der Josephson-Kontakte bestimmt. Betreibt man ein dc-SQUID-Magnetometer mit einem Betriebsstrom $I_{\rm b} > I_{\rm c}$, so hängt die abfallende Spannung periodisch von dem magnetischen Fluss ab, der die Fläche des SQUID-Magnetometers durchsetzt (siehe Abbildung 4.2c)). Somit lassen sich magnetische Flussänderungen in Form von Spannungsänderungen detektieren.

Da die Fluss-Spannungs-Kennlinie stark nichtlineares Verhalten aufweist, ist der lineare Arbeitsbereich auf etwa $\delta \Phi \approx \pm \Phi_0/4$ beschränkt. Allerdings lässt sich der effektive lineare Arbeitsbereich wie in [Dru04] beschrieben durch die Verwendung einer zusätzlichen Elektronik in einen größeren Flussbereich erweitern.





Abbildung 4.3 zeigt eine schematische Darstellung einer solchen Flux-Locked-Loop-Elektronik (FLL-Elektronik). Die Grundidee dabei ist, die Kennlinie des SQUID-Magnetometers auf einen Punkt maximaler Steigung zu stabilisieren, indem die vom Experiment hervorgerufene Flussänderung im SQUID-Magnetometer über eine zusätzliche Spule mit Hilfe eines Rückkoppelflusses gleichen Betrages kompensiert wird. Zunächst wird hierbei die über dem SQUID-Magnetometer abfallende Spannung bei Raumtemperatur verstärkt. Dafür wird die Referenzspannung U_b des Differenzverstärkers so gewählt, dass sie dem Spannungsabfall des SQUID-Magnetometers am gewählten Arbeitspunkt entspricht. Die Ausgangsspannung U des nachfolgenden Spannungsintegrators hat zwei Aufgaben. Einerseits dient sie als das eigentliche Messsignal. Andererseits dient sie als Flusskompensation von jeglichen von außen in das SQUID-Magnetometer eingebrachten magnetischen Flussänderungen. Dazu treibt sie einen Strom durch den Widerstand $R_{\rm fb}$ und die Rückkoppelspule. Der so in der Rückkoppelspule erzeugte magnetische Fluss $\Delta \Phi_{\rm fb} = M_{\rm fb}U/R_{\rm fb}$ hält das SQUID-Magnetometer am gewünschten Arbeitspunkt. Da die Ausgangsspannung proportional zu der zu messenden Flussänderung ist, ergibt sich für diese der Ausdruck

$$\Delta \Phi = -\Delta \Phi_{\rm fb} = -M_{\rm fb} \frac{U}{R_{\rm fb}} . \tag{4.1}$$

4.3.2 Zweistufiger SQUID-Aufbau

Prinzipiell ist die Verwendung eines einstufigen SQUID-Aufbaus, wie im vorherigen Abschnitt beschrieben, möglich. Jedoch addiert sich zu dem Rauschen des SQUID-Magnetometers das Spannungsrauschen des bei Raumtemperatur betriebenen Verstärkers. Verstärkt man allerdings das Signal des SQUID-Magnetometers bei tiefen Temperaturen mit Hilfe eines weiteren rauscharmen Verstärkers, so lässt sich der Beitrag des Rauschens von dem bei Raumtemperatur betriebenen Verstärker erheblich reduzieren und zusätzlich die Bandbreite des gesamten Aufbaus erhöhen. Als rauscharmer Verstärker kam in der hier diskutierten Arbeit eine Serienschaltung aus sechzehn dc-SQUID-Magnetometern zum Einsatz. Ein solcher zweistufiger SQUID-Aufbau ist in Abbildung 4.4 dargestellt. In der folgenden Diskussion wird das primäre SQUID-Magnetometer als Detektor-SQUID, das sekundäre SQUID-Magnetometer als Verstärker-SQUID bezeichnet.



Abb. 4.4: Schematische Darstellung eines zweistufigen SQUID-Aufbaus. Als Tieftemperaturverstärker wird hier ein SQUID-Array verwendet.

Eine am Detektor-SQUID erzeugte Flussänderung $\Delta \Phi_1$ führt gemäß der Fluss-Spannungs-Charakteristik zu einer über dem Detektor-SQUID abfallenden Spannung ΔU_1 . Diese verursacht in dem dazu parallel verlaufenden Stromkreis eine Stromänderung $\Delta I_1 = \Delta U_1/R_g$, welche als Flussänderung $\Delta \Phi_1 = M_{i2}\Delta I_1$ über die Gegeninduktivität M_{i2} zwischen Detektor- und Verstärker-SQUID in das Verstärker-SQUID eingekoppelt wird. Dabei erreicht man eine Kleinsignal-Fluss-zu-Fluss-Verstärkung von $G_{\Phi} = \Delta \Phi_2/\Delta \Phi_1$. Anschließend wird der Spannungsabfall über dem Verstärker-SQUID bei Raumtemperatur verstärkt und integriert. Die FLL-Elektronik ist so aufgebaut, dass der magnetische Fluss im Detektor-SQUID auf einem konstanten Wert gehalten wird. Einerseits könnte der Wert des Verstärkerwiderstandes R_g möglichst klein gewählt werden, um den Wert der Fluss-zu-Fluss-Verstärkung zu maximieren. Andererseits sollte er auch nicht zu groß gewählt werden, damit der Hub des magnetischen Flusses im Verstärker-SQUID ein Flussquant nicht übersteigt. Denn nur in diesem Fall ist der Arbeitspunkt des SQUID-Magnetometers stets wohldefiniert [Fle03].

4.4 Detektoraufbau

In Abbildung 4.5 ist eine Skizze des Detektoraufbaus gezeigt. Der Detektor-Chip wurde zusammen mit den SQUID-Chips¹⁰ und den Leiterplatinen auf einer etwa 60 mm langen und 25 mm breiten Halterung aufgeklebt. Während die Chips mit einem tieftemperaturgeeigneten Spulenlack¹¹ befestigt wurden, sind die Kupferplatinen mit Hilfe eines Zweikomponenten-Epoxidharzes¹² auf dem Kupferhalter fixiert. Der Grund für die Wahl von Kupfer als Trägermaterial ist dessen vergleichsweise ho-



Abb. 4.5: Skizze des Detektoraufbaus.

he thermische Leitfähigkeit κ . Sie beträgt bei 100 mK etwa $\kappa = 10^{-2} \text{ W/m/K}$. Dies

¹⁰Das Substrat, auf dem sich das SQUID-Magnetometer, sowie dessen Einkoppelspule befindet, wird als SQUID-Chip bezeichnet.

¹¹GE 7031 Varnish, Lake Shore Cryotronics, Westerville, USA

 $^{^{12}\}mathrm{Stycast}$ 2850 FT, Emerson & Cuming, Westerlo, Belgien

gewährleistet eine gute thermische Ankopplung des Detektoraufbaus an die Experimentierplattform. Ein Nachteil der hohen thermischen Leitfähigkeit ist die damit verbundene erhöhte elektrische Leitfähigkeit σ . Um den Effekt der dadurch hervorgerufenen Erhöhung des magnetischen Johnson-Rauschens auf die SQUID-Chips und den Detektor-Chip zu reduzieren, wurde der Kupfer-Halter mit Niob besputtert. Dieses wird bei Temperaturen unter etwa 9 K supraleitend und schirmt somit die SQUID-Chips und den Detektor-Chip vom magnetischen Johnson-Rauschen der Elektronen im Kupferhalter ab.

Der Detektor-Chip ist über Aluminium-Bonddrähte¹³ mit einem Durchmesser von etwa 25 μ m mit der Einkoppelspule des Detektor-SQUIDs verbunden. Die Bonddrähte wurden jeweils doppelt ausgeführt und so kurz wie möglich gehalten, um deren parasitäre Streuinduktivität zu minimieren. Da die benötigten Feld- und Heizerströme vergleichsweise hoch sind, wurden die Feld- und Heizerleitungen durch supraleitende NbTi/CuNi¹⁴-Drähte mit einem Durchmesser von $100 \,\mu m$ realisiert. Diese werden in ein Loch in der Kupferhalterung mit Hilfe des oben erwähnten Zweikomponenten-Epoxidharzes eingeklebt und durch eine Ausfräsung auf der Unterseite des Halters weggeführt. Die Kontaktierung dieser Drähte mit dem Detektor-Chip wird erneut durch Aluminium-Bonddrähte realisiert. Die für die SQUID-Chips nötigen Zuleitungen enden auf den Leiterplatinen und werden durch Aluminium-Bonddrähte zu den SQUID-Chips weitergeführt. Wie in Abschnitt 4.3.2 erwähnt, wurde als rauscharmer Verstärker ein Serien-SQUID-Array-Chip verwendet, auf dem mehrere Einzel-SQUID-Magnetometer in Serie geschaltet sind. Somit wird der SQUID-Chip durch die in den zahlreichen Shunt-Widerständen dissipierte Leistung lokal aufgeheizt. Um ein Aufheizen des Detektor-SQUIDs, sowie des Detektor-Chips zu verhindern, wurde das Verstärker-SQUID räumlich von den beiden übrigen Chips getrennt. Zum Auslesen des Detektorsignals wurde die auf dem Detektor-SQUID befindliche Einkoppelspule mit der Detektionsspule auf dem Detektor-Chip über Aluminium-Bonddrähte verbunden. Die Kontaktierung des gesamten Experiments mit der bei Raumtemperatur befindlichen Ausleseelektronik wird durch eine zwölf-Pin-Steckverbindung gewährleistet. Der gesamte Aufbau wird von einer supraleitenden Bleiabschirmung umschlossen. Diese soll bei tiefen Temperaturen Anderungen eines externen Magnetfeldes weitgehend abschirmen, um einen optimalen Einsatz der SQUID-Magnetometer. sowie des Detektors zu gewährleisten. Die Abschirmung besitzt an einer Stelle ein Loch mit Kamin, sodass Röntgenphotonen aus der Röntgenquelle den Detektor erreichen können. Um zu verhindern, dass diese das Silizium-Substrat treffen, wurde über dem Absorber des Detektors ein Goldfolienkollimator platziert. Beide SQUID-

¹³Die Enden dieser Drähte werden mit Hilfe von Ultraschallpulsen mit den Leiterbahnen auf der Platine verschweißt.

¹⁴Supraleitende NbTi-Drähte eingebettet in einer CuNi-Matrix. Diese Struktur erlaubt das Herstellen von Lötverbindungen.

Chips, sowie der Detektor-Chip sind thermisch mit dem Kupferhalter verbunden. Dies wurde pro Chip durch etwa zwanzig Gold-Bonddrähte gewährleistet, die einen Durchmesser von $25\,\mu\text{m}$ besitzen und das chipinterne Wärmebad mit dem Kupferhalter verbinden.

4.5 Präparation des Dauerstroms

Für die Präparation eines Dauerstroms ist es zunächst erforderlich den gesamten Detektor-Chip auf über 1,2 K zu erwärmen. Während die Niob-Strompfade der Detektionsschleifen supraleitend bleiben, werden die Aluminium-Bonddrähte, die die Einkoppelspule auf dem im vorigen Abschnitt erwähnten Detektor-SQUID-Chip mit dem Detektor-Chip verbinden, normalleitend.



Abb. 4.6: Vorgehensweise bei der Präparation des Dauerstroms. a) Experimentierplattform befindet sich auf einer Temperatur unter 1,2 K. b) Erwärmen des Chips auf über 1,2 K, sodass die Bonddrähte zur Einkoppelspule normalleitend werden. Der Großteil des Stroms fließt durch L_1 . c) Lokales Heizen auf über 9,25 K. Oberer Weg wird normalleitend und der Strom fließt durch die Detektionsspulen L_2 . d) Nach Abschalten des Heizstroms ist der gesamte Stromkreis der Detektionsschleifen wieder supraleitend. Darauffolgendes Abschalten des Feldstroms bewirkt aufgrund der Flusserhaltung, dass der Strom nun in den supraleitenden Detektionsspulen eingefroren ist.

Treibt man nun einen Feldstrom $I_{\rm F}$ durch die Feldleitungen der Detektionsschleife, so kann der Strom über den oberen Weg mit der Induktivität L_1 oder über den unteren Weg mit der Induktivität L_2 fließen. Von entscheidender Bedeutung ist, dass die Bonddrähte normalleitend sind und somit kein Strom durch die Einkoppelspule fließt. Wäre dies der Fall, so erzeugte dieser Strom ein Magnetfeld in der Umgebung des SQUID-Magnetometers, wodurch sich dessen Eigenschaften enorm verschlechtern würden. Da der Weg über die Induktivität L_1 gemeinsam mit dem Weg über die Induktivität L_2 einen supraleitenden Stromkreis bilden, teilt sich wegen des Prinzips der magnetischen Flusserhaltung der eingespeiste Feldstrom gemäß dem Verhältnis der Induktivitäten auf. Aufgrund der wesentlich kleineren Induktivität L_1 fließt jedoch der größte Teil des Feldstroms durch den oberen Weg.

Um den unter dem Heizwiderstand $R_{\rm H} \approx 30 \,\Omega$ liegenden oberen Weg normalleitend zu treiben, injiziert man neben dem bereits fließenden Heizstrom $I_{\rm H} \approx 3 \,\mathrm{mA}$ einen Heizpuls durch den Heizer des Dauerstromschalters, der den Detektor-Chip lokal über die Sprungtemperatur $T_{\rm c}$ von Nb erwärmt. Daher fließt nun der gesamte Feldstrom ausschließlich durch die Detektionsschleife und erzeugt somit im Inneren dieser einen magnetischen Fluss $\Phi = L_2 I_0$.

Da der obere Weg unter dem Heizwiderstand nach dem Heizpuls wieder supraleitend wird, stellt der magnetische Fluss im Inneren der Schleife wieder eine Erhaltungsgröße dar. Somit fließt nach Abschalten des Feldstroms der felderzeugende Dauerstrom

$$I_{\rm F} = \frac{L_2}{L_2 + L_1} I_0 \approx I_0 .$$
 (4.2)

durch den oberen und unteren Weg.

4.6 Datenaufnahme und Signalanalyse

In Abschnitt 4.3.1 wurde bereits erläutert, dass unter Anwendung der FLL-Schaltung die Ausgangsspannung U der SQUID-Elektronik direkt proportional zur Änderung des magnetischen Flusses in der Detektionsspule ist. Die Absorption eines Röntgenphotons führt somit zu einer pulsförmigen Spannungsänderung.

Dieses Ausgangssignal der SQUID-Elektronik wird auf zwei Kanäle aufgeteilt. Während einer dieser Kanäle als Signalkanal dient, wird der andere als Triggerkanal verwendet. Beide Signale passieren Vorverstärker¹⁵, die zusätzlich als Bandpassfilter verwendet werden können. Die Verwendung eines Hochpassfilters hat den Vorteil, dass ein Driften der Nulllinie der Signale reduziert wird. Dieses Driften wird durch Temperaturschwankungen des Kryostaten hervorgerufen. Jedoch wird durch dessen Anwendung die Form der Signale verfälscht. Der Vorteil eines Tiefpassfilters ist, dass hochfrequentes Rauschen stark vermindert wird. Um Aliasing-Effekte zu verhindern, muss die Grenzfrequenz $f_{\rm g}$ des Tiefpasses stets so gewählt werden, dass die Nyquist-Bedingung $f_{\rm g} < f_{\rm sample}/2$ erfüllt ist. Hierin steht $f_{\rm sample}$ für die Abtastfrequenz des nachfolgenden Analog-Digital-Wandlers (ADC). Der Triggerkanal wird typischerweise verstärkt, stark Hochpass gefiltert ($f_{\rm g} = 30$ Hz) und wenig Tiefpass gefiltert ($f_{\rm g} = 30$ kHz), damit er seine Aufgabe als Trigger verlässlich ausführen kann.

Anschließend werden die gefilterten Signale mit Hilfe einer 12-bit Oszilloskopkar-

¹⁵SRS-560, Stanford Research Systems, Sunnyville, USA

te¹⁶ digitalisiert und von einer Software aufgezeichnet, die in einem variablen Zeitfenster Δt typischerweise 16384 aufeinanderfolgende Spannungswerte aufzeichnet¹⁷. Ein solches Zeitfenster wird aufgenommen, wenn das Triggersignal einen festgelegten Schwellenwert überschreitet. Typischerweise wird bereits vor dem Triggerzeitpunkt etwa ein Viertel des verwendeten Zeitfensters aufgenommen, um zum Beispiel sensitiv auf Temperaturschwankungen zu sein. Nachdem einige Pulse aufgenommen und gespeichert wurden, wird ein Zeitfenster ohne Puls, ein sogenanntes Ruhesignal, aufgezeichnet. Dieses aufgenommene Ruhesignal dient zur Analyse des Rauschens im Messsignal.

In der Vergangenheit wurden zahlreiche Methoden zur Datenanalyse verwendet. Dazu zählen etwa eine Methode der kleinsten Abweichungsquadrate oder das Prinzip des optimalen Filterns ([Szy93],[Fle03]). Wie in Abschnitt 3.2 beschrieben, wird die minimale Energieauflösung unter Verwendung des Prinzips des optimalen Filterns erreicht. Man geht zunächst so vor, dass bestimmte aufgezeichnete Detektorsignale ausgewählt werden und daraus ein Musterpuls berechnet wird. Zusammen mit den aufgezeichneten Ruhesignalen bildet man damit das Signal-zu-Rauschen-Verhältnis im Frequenzraum. Transformiert man dieses in den Zeitraum zurück, so erhält man die sogenannte Filterfunktion. Wertet man nun die Faltung der Filterfunktion mit den einzelnen, aufgezeichneten Detektorsignalen an drei unterschiedlichen Stellen um das Maximum aus, so lässt sich die Energie der detektierten Röntgenphotonen, sowie die Jitterkorrektur¹⁸ ermitteln ([Fle03]).

4.7 ⁵⁵Fe-Röntgenquelle

Die Charakterisierung des in dieser Arbeit verwendeten Detektors wurde mit einer gekapselten ⁵⁵Fe-Röntgenquelle durchgeführt. Über einen Elektroneneinfangprozess zerfällt das Eisen-Isotop ⁵⁵Fe mit einer Halbwertszeit von $T_{1/2} = 2,7$ a in das Isotop ⁵⁵Mn. Mit einer Wahrscheinlichkeit von etwa 90 % stammt das eingefangene Elektron aus der K-Schale und lässt dort ein Loch zurück. Dieses wird anschließend durch ein Elektron aus einer energetisch höher gelegenen Schale ersetzt. Die dabei freiwerdende Energie wird in Form eines Röntgenphotons oder eines Auger-Elektrons wieder freigesetzt. Durch diesen Prozess wird eine Kaskade weiterer Elektronenübergänge in Gang gebracht, die ihrerseits auch Energie freisetzen.

Das somit entstehende Röntgenspektrum von ⁵⁵Mn wurde in der Vergangenheit

 $^{^{16}\}mathrm{DDAQ},$ CompuScope SAC-8012A/PCI, Gage, Montreal, Kanada

 $^{^{17}}CS$ 12100

¹⁸Unter einem Jitter versteht man die Verschiebung des Signalverlaufs eines Einzelpulses zum Musterpuls um eine zufällige Zeitdifferenz Δt . Ohne Jitterkorrektur wird die Abschätzung der Energie eines Detektorsignals verfälscht.

vielfach mit Hilfe von Kristallspektrometern vermessen [Höl97], wobei die für diese Arbeit relevanten Übergänge von Elektronen aus der L- beziehungsweise M-Schale in die K-Schale stammen. Diese beiden Linien besitzen eine Energie von 5,9 keV beziehungsweise 6,4 keV, werden als K_{α} - beziehungsweise K_{β} -Linie bezeichnet und haben ein Intensitätsverhältnis von 9:1. Aufgrund der Kapselung der Röntgenquelle werden die freigesetzten Auger-Elektronen, sowie die aus der Kaskade stammenden niederenergetischen Röntgenphotonen vollständig absorbiert. Somit sind nur die beiden letztgenannten Linien im Spektrum der Quelle zu sehen.

5. Experimentelle Ergebnisse

Im nun folgenden Kapitel werden Ergebnisse von Charakterisierungsmessungen diskutiert, die an einem der im Rahmen dieser Arbeit entwickelten und hergestellten Detektor durchgeführt wurden. Es handelt sich hierbei um den Ein-Pixel-Detektor mit einer normalen Absorberwärmekapazität von $C_{\rm a} = 0.25 \, {\rm pJ/K}$ bei 50 mK, der in Abschnitt 3.4 im Detail beschrieben worden war. Der planare ringförmige paramagnetische <u>Au</u>:Er-Sensor befindet sich zwischen einer supraleitenden Deckschicht und einer planaren spiralförmigen Detektionsspule mit einem Innendurchmesser von 43 μ m und einem Außendurchmesser von 94 μ m, einer Niob-Bahnbreite von 5 μ m und einem Mitte-zu-Mitte-Abstand von 7 μ m.

5.1 Induktivität des Detektors

Aus der Messung und der Analyse des magnetischen Flussrauschens im Detektor-SQUID bei einer Temperatur oberhalb der supraleitenden Sprungtemperatur der Aluminium Bonddrähte ($T_c = 1,2 \text{ K}$) zwischen Detektionsspule und Einkoppelspule lässt sich eine wichtige Größe, nämlich die Gesamtinduktivität des Flusstransformators bestimmen. Zusammen mit der Gegeninduktivität zwischen Einkoppelspule und SQUID-Magnetometer, welche auf einfache Weise unabhängig gemessen werden kann, kann mit dieser Gesamtinduktivität der Flusskopplungsfaktor $\delta \Phi_S / \delta \Phi$ berechnet werden. Des Weiteren kann die Induktivität der Detektionsspule abgeschätzt werden, da die Induktivität der Einkoppelspule des SQUID-Magnetometers bekannt ist und für die Streuinduktivität der Bonddrähte empirisch ermittelte Werte existieren.

Der Stromkreis des supraleitenden Flusstransformators ist in Abbildung 5.1 links schematisch dargestellt. Dieser besteht aus zwei parallel geschalteten Induktivitäten, $L_{\rm D}$ und $L_{\rm L}$, welche die Induktivität des Detektors und die Lastinduktivität repräsentieren. Diese sind über Aluminium-Bonddrähte der Induktivität $L_{\rm W}$ mit der Einkoppelspule $L_{\rm I}$ des SQUID-Magnetometers verbunden.

Im normalleitenden Zustand führt der Widerstand $R_{\rm W}$ der Bonddrähte zu einem Stromrauschen mit der spektralen Leistungsdichte $S_{\rm I} = 4k_{\rm B}T/R_{\rm W}$ in der Einkoppelspule des SQUID-Magnetometers. Das entsprechende Flussrauschen im SQUID-Magnetometer beträgt $S_{\Phi} = M_{\rm IS}^2 S_{\rm I}$, wobei $M_{\rm IS}$ die Gegeninduktivität zwischen Einkoppelspule und SQUID-Magnetometer ist. Aufgrund der Gesamtinduktivität $L_{\rm ges} = \frac{L_{\rm D}L_{\rm L}}{L_{\rm D}+L_{\rm L}} + L_{\rm W} + L_{\rm I}$ des Flusstransformators und der zugehörigen Reaktanz



Abb. 5.1: Links: Skizze des Stromkreises des Experimentaufbaus bei gegebener Temperatur. **Rechts**: Gemessenes magnetisches Flussrauschen im Detektor-SQUID bei einer Temperatur von 4,2 K (durchgezogene schwarze Kurve). Die gestrichelte rote Kurve stellt einen Fit des gemessenen magnetischen Flussrauschens dar.

 $i\omega L_{\rm ges}$ nimmt die bei niedrigen Frequenzen konstante spektrale Leistungsdichte $S_{\rm I}$ des Stromrauschens bei Frequenzen oberhalb der Grenzfrequenz

$$f_{\rm g} = \frac{1}{2\pi} \frac{R_{\rm W}}{L_{\rm ges}} \tag{5.1}$$

gemäß einem Tiefpass erster Ordnung proportional f^{-2} ab.

Das Flussrauschen im Detektor-SQUID kann durch den Ausdruck

$$S_{\Phi}(f) = M_{\rm IS}^2 \frac{4k_{\rm B}T}{R_{\rm w}} \frac{1}{1 + (f/f_{\rm g})^2}$$
(5.2)

beschrieben werden. Aus dem Plateauwert bei $f < f_{\rm g}$ kann bei bekannter Temperatur T und Gegeninduktivität $M_{\rm IS}$ der Widerstand $R_{\rm W}$ der Bonddrähte ermittelt werden. Aus der Grenzfrequenz $f_{\rm g}$ und dem Widerstand $R_{\rm W}$ kann die Gesamtinduktivität $L_{\rm ges}$ bestimmt werden.

Abbildung 5.1 rechts zeigt das gemessen Flussrauschen im Detektor-SQUID bei einer Temperatur von $T = 4,2 \,\mathrm{K}$ (schwarze durchgezogene Linie). Die gestrichelte rote Kurve stellt einen Fit der gemessenen Daten unter Anwendung von Gleichung 5.2 mit den Fitparametern $R_{\rm W} = 4,04 \,\mathrm{m\Omega}$ und $L_{\rm ges} = 3,25 \,\mathrm{nH}$ dar. Da die Induktivitäten der Einkoppelspule des SQUID-Magnetometers, sowie die Induktivität der Aluminium-Bonddrähte bereits in vorangegangenen Messungen bestimmt wurden¹,

¹Während die Induktivität der Einkoppelspule des SQUID-Magnetometers zu $L_{\rm I} = 1.8 \,\mathrm{nH}$ bestimmt wurde, wurde die Induktivität der Aluminium Bonddrähte mit Hilfe verschiedener Messungen auf $L_{\rm W} \simeq 0.5 \,\mathrm{nH}$ abgeschätzt.

lässt sich aus der Gesamtinduktivität unter der Annahme $L_{\rm L} \gg L_{\rm D}$ die Induktivität des Detektors zu $L_{\rm D} = 0.95 \,\mathrm{nH}$ berechnen.

Diese aus der Rauschmessung extrahierte Induktivität der Detektionsspule ist um etwa 30 % größer als der aus der durchgeführten quasi dreidimensionalen Finite Elemente Simulation erhaltene Wert. In vorangegangenen Messungen mit anderen Detektoren mit mäanderförmigen Detektionsspulen wurden Abweichungen der gemessenen Detektorinduktivität in ähnlicher Größe beobachtet. Ob es einen Zusammenhang zwischen diesen Beobachtungen gibt beziehungsweise was der Grund für die beobachtete Diskrepanz zwischen gemessener und berechneter Induktivität ist, konnte bisher nicht vollständig geklärt werden. Mögliche Begründungen für die beobachteten Abweichungen könnten zusätzlich auftretende parasitäre Induktivitäten sein, welche durch die Leitungsführung auf dem Detektorchip, die Einkoppelspule des SQUID-Magnetometers oder die Aluminium-Bonddrähte hervorgerufen werden könnten.

Mit der hier bestimmten Gesamtinduktivität von $L_{\text{ges}} = 3,25$ nH erhalten wir für den Flusskopplungsfaktor zwischen Detektionsspule und SQUID-Magnetometer einen Wert von $\delta \Phi_{\text{S}}/\delta \Phi = 11,8\%$. Dieser ist um 14% kleiner als der in der Optimierungsrechnung angenommene Wert, was sich in gleichem Maße auf die zu erwartende Signalgröße bei Röntgenabsorption und die Flussänderung in Magnetisierungsmessungen auswirken wird.

Abschnitt 5.2 wird zeigen, dass die gemessenen Magnetisierungskurven sehr gut mit dem hier ermittelten Flusskopplungsfaktor beschrieben werden können.

5.2 Magnetisierung des Sensors

Wie bereits in Abschnitt 3.4 beschrieben, handelt es sich bei dem in dieser Arbeit verwendeten Detektor um einen nicht gradiometrisch aufgebauten Detektor. Somit führen Temperaturänderungen des Detektorchips zu einer Magnetisierungsänderung des Sensormaterials, welche als magnetische Flussänderung im Detektor-SQUID gemessen werden kann.

Abbildung 5.2 zeigt den magnetischen Fluss im Detektor-SQUID als Funktion der inversen Temperatur für fünf verschiedene felderzeugende Dauerströme in der Detektionsspule. Die gestrichelten Kurven entsprechen dem numerisch berechneten Verlauf der Magnetisierungskurven basierend auf den Eigenschaften von <u>Au</u>:Er-Vollmaterial für die entsprechenden Dauerströme, wobei der im vorherigen Abschnitt ermittelte Wert für die Flusskopplung von $\delta \Phi_S / \delta \Phi = 11,8\%$, sowie eine Erbium Konzentration von $x_{\rm Er} = 280$ ppm angenommen wurde. Die Erbium Konzentration wurde in einem



Abb. 5.2: Magnetischer Fluss im Detektor-SQUID als Funktion der inversen Temperatur. Die durchgezogenen Kurven entsprechen den gemessenen Daten, die gestrichelten Kurven stellen den theoretischen Verlauf der Magnetisierungskurven von <u>Au</u>:Er-Vollmaterial für verschiedene felderzeugende Dauerströme und eine Erbium-Konzentration von 280 ppm dar.

unabhängigen Experiment mit Hilfe eines kommerziell erhältlichen Magnetometers² bestimmt. Dabei wurde die magnetische Suszeptibilität der im Lift-Off-Prozess bei der Sensorherstellung anfallenden Reste des gesputterten <u>Au</u>:Er-Films im Temperaturbereich von Raumtemperatur bis 100 K in einem Magnetfeld der Stärke 1 T gemessen und daraus die Erbium-Konzentration des Sensors zu $x_{\rm Er} = 280$ ppm bestimmt.

Wie man anhand der Magnetisierungskurven erkennen kann, stimmen die gemessenen Daten sehr gut mit den theoretisch vorhergesagten Verläufen überein. Somit lässt sich sagen, dass die Magnetisierung des Sensors gut verstanden ist.

5.3 Signalform

5.3.1 Abklingverhalten

In Abbildung 5.3 ist ein typischer Signalverlauf (ungemittelt) nach der Absorption eines 5,9 keV Röntgenphotons bei einer Temperatur von 30 mK und einem felderzeugenden Dauerstrom von 30 mA dargestellt. Die gestrichelte rote Kurve stellt das angepasste Abklingverhalten des Detektorsignals dar.

Die durch die Absorption eines Röntgenphotons in den Detektor eingebrachte Energie verteilt sich zunächst auf das System der Leitungselektronen. Die magnetischen Momente des Sensors reagieren auf die dadurch hervorgerufene Temperaturerhöhung mit einer Relaxationszeit τ , welche durch die sogenannte Korringa-Relation $\kappa = \tau \cdot T_{\rm el}$ gegeben ist. In dieser Gleichung bezeichnet $T_{\rm el}$ die Temperatur der Leitungselektronen und κ die sogenannte Korringa-Konstante³. Auch bei tiefen Tempe-

²4MPMS, Quantum Design, San Diego, USA.

³Die Korringa-Konstante von <u>Au</u>:Er beträgt $\kappa = 7 \cdot 10^{-9}$ Ks und wurde mit Hilfe von ESR-



Abb. 5.3: Gemessener Signalverlauf (schwarze durchgezogene Kurve) nach der Absorption eines 5,9 keV Röntgenphotons bei einer Temperatur von 30 mK und einem felderzeugenden Dauerstrom von 30 mA als Funktion der Zeit. Die gestrichelte Kurve entspricht einer Summe von Exponentialfunktionen (siehe Text).

raturen erhält man somit Anstiegszeiten von $\tau < 1 \,\mu$ s. Eine detaillierte Analyse des Signalanstiegs der Detektorsignale wird in Abschnitt 5.3.2 erfolgen.

Um das Abklingverhalten der Detektorsignale zu beschreiben, wurde ein Exponentialansatz gewählt. Bei tiefen Temperaturen ist es hierbei notwendig eine Summe dreier Exponentialfunktionen

$$\phi(t) = \phi_1 e^{t/\tau_1} + \phi_2 e^{t/\tau_2} + \phi_3 e^{t/\tau_3} \tag{5.3}$$

mit den Amplituden ϕ_1 , ϕ_2 , ϕ_3 und den Zeitkonstanten τ_1 , τ_2 , τ_3 zu wählen. Dabei repräsentiert die Zeitkonstante τ_1 die erste Phase der Thermalisierung, in der ein Teil der in den Detektor eingetragenen Energie aus dem System der Leitungselektronen in das in Abschnitt 2.2.4 beschriebene System der Kernquadrupolmomente von Gold fließt. Die zugehörige Zeitkonstante beträgt für das in Abbildung 5.3 dargestellte Detektorsignal etwa $\tau_1 = 100 \,\mu s$. Diese Zeitkonstante fällt im Vergleich zu den Ergebnissen vorangegangener Arbeiten, wie etwa [Kem07], geringer aus, da die gesamte Relaxationszeit des Detektorsignals bei einer Temperatur von 30 mK mit etwa 500 μ s sehr viel kürzer als bei bisherigen Detektoren ist und der gerade diskutierten Kernquadrupol-Relaxation überlagert ist und längere Relaxationszeiten innerhalb dieser Relaxation quasi abschneidet. Messungen dieser Zeitkonstante bei verschiedenen Temperaturen ergaben, dass das zu dieser Zeitkonstante zugehörige Wärmekapazitätssystem oberhalb einer Temperatur von etwa 50 mK verschwindet und der Signalverlauf oberhalb von 50 mK durch die Summe zweier Exponentialfunktionen beschrieben werden kann. Wie schon in früheren Messungen beobachtet wurde, zeigt sich keine Temperaturabhängigkeit der Zeitkonstante τ_1 [Gör01]. Entgegen den Ergebnissen von [Sch00] wurde in den hier diskutierten Messungen dieser Zeitkonstante allerdings keine Magnetfeldabhängigkeit festgestellt. Dies könnte allerdings der Tatsache geschuldet sein, dass die durch die verwendeten Ströme bis 40 mA

Messungen bestimmt [Sjö75].

erzeugten Magnetfelder zu schwach sind, um die erwähnte Magnetfeldabhängigkeit zu beobachten.

Die beiden letzteren Exponentialfunktionen beschreiben den komplizierten Wärmefluss vom Sensor zum Wärmebad. Auf diesen Punkt werden wir jedoch in Kürze zurückkommen. In einem vereinfachten Modell lässt sich die Wärmeleitfähigkeit zwischen Sensor und Wärmebad mit Hilfe der Beziehung

$$G_{\rm ges} = aT + g_{\rm K}AT^3 \tag{5.4}$$

beschreiben. Der lineare Teil dieser Gleichung beschreibt die thermische Leitfähigkeit der metallischen Verbindung zwischen <u>Au</u>:Er-Sensor und Wärmebad. Die zugehörige Konstante *a* lässt sich unter Anwendung des Wiedemann-Franz-Gesetzes, sowie unter Berücksichtigung der Geometrie der metallischen Verbindung und des zugehörigen Restwiderstandsverhältnisses⁴ berechnen. Der kubische Teil hingegen repräsentiert den Wärmefluss aus dem <u>Au</u>:Er-Sensor der Fläche *A* über das Siliziumsubstrat in das Wärmebad. Dieser ist sehr stark von dem thermischen Grenzflächenwiderstand zwischen Gold und Silizium abhängig. In diesem Term steht *A* für die Sensorfläche. Für den Übergang von Gold zu Silizium kann mit Hilfe des 'acoustic mismatch models' eine spezifische Grenzflächenleitfähigkeit von $g_{\rm K} = 640 \,{\rm W/K^4/m^2}$ berechnet werden [Swa89].

Unter der Annahme, dass die gesamte durch ein absorbiertes Teilchen im Detektor deponierte Wärme durch den Sensor fließt, lässt sich die gemessene Wärmeleitfähigkeit zwischen Sensor und Wärmebad über die Beziehung

$$G_{\rm ges} = \frac{\delta E}{\int \delta T(t) \,\mathrm{dt}} \tag{5.5}$$

berechnen, wobei δE die in den Detektor eingetragene Energie und $\delta T(t)$ den zeitlichen Verlauf der Temperaturänderung des Sensors darstellen. Ist die Temperaturabhängigkeit der durch die Magnetisierungsänderung im Sensor hervorgerufenen magnetischen Flussänderung im SQUID-Magnetometer $d\Phi_S/dT$ bekannt, so lässt sich Temperaturverlauf des Sensors der zeitliche gemäß der Beziehung $\delta T(t) = (\mathrm{d}\Phi_{\mathrm{S}}/\mathrm{d}\mathrm{T})^{-1}\delta\Phi_{\mathrm{S}}(t)$ rekonstruieren. In Abbildung 5.4 links ist die gemessene Wärmeleitfähigkeit (Symbole) zwischen Au: Er-Sensor und Wärmebad für verschiedene felderzeugende Dauerströme als Funktion der Temperatur dargestellt. Die gestrichelte Linie in Abbildung 5.4 links stellt eine an die Daten angepasste Kurve gemäß Gleichung 5.5 mit den Parametern $a = 44 \text{nW}/\text{K}^2$ und $g_{\text{K}} = 626 \text{W}/\text{K}^4/\text{m}^2$ dar. Der für a erwartete Wert liegt bei $a = 41 \text{nW}/\text{K}^2$ und weicht somit nur geringfügig

⁴Die bereits in Abschnitt 3.4 erwähnte metallische Verbindung zwischen Sensor und Wärmebad besteht aus gesputtertem Gold mit einem Restwiderstandsverhältnis von RRR = 2,2 und einem nominalen Widerstand von etwa 0.35Ω bei tiefen Temperaturen.



Abb. 5.4: Links: Gemessene Wärmeleitfähigkeit (Symbole) zwischen <u>Au</u>:Er-Sensor und Wärmebad für verschiedene felderzeugende Ströme als Funktion der Temperatur. Die gestrichelte Linie stellt eine an die Daten angepasste Kurve dar. **Rechts**: Aus $\tau = C \text{ges}/\text{G}$ bestimmte Zeitkonstante (schwarze Symbole) für einen felderzeugenden Dauerstrom von 40 mA und aus dem Abklingverhalten bestimmte Zeitkonstanten τ_2 (grüne Symbole) und τ_3 (rote Symbole).

von dem hier bestimmten Wert ab. Diese geringe Abweichung kann auf eine zu klein angenommene Höhe der metallischen Verbindung zwischen Sensor und Wärmebad oder ein etwas zu klein angenommenes Restwiderstandsverhältnis von gesputtertem Gold zurückzuführen sein. Der für $g_{\rm K}$ gefundene Wert weicht ebenfalls geringfügig von dem angegebenen Wert des 'acoustic mismatch models' ab. Dies ist allerdings nicht sehr verwunderlich, da sich zwischen der Grenzfläche von Gold und Silizium eine Siliziumnitridschicht befindet und es sich somit um einen recht komplizierten Übergang handelt. Wie in [Swa89] dargestellt, kann es in solchen Fällen aufgrund schwer modellierbarer Details an der Grenzfläche zu einem abweichenden thermischen Grenzflächenwiderstand kommen.

Aus der gemessenen Wärmeleitfähigkeit G_{ges} kann zusammen mit der gemessenen Gesamtwärmekapazität des Detektors C_{ges} über die Relation

$$\tau = \frac{C_{\text{ges}}}{G_{\text{ges}}} \tag{5.6}$$

auf die Abklingzeit τ des Detektorsignals geschlossen werden. Auf eine ausführliche Diskussion der Gesamtwärmekapazität des Detektors wird an dieser Stelle verzichtet und soll erst in Abschnitt 5.3.3 erfolgen.

Abbildung 5.4 rechts zeigt den Temperaturverlauf der gemäß Gleichung 5.6 berechneten Zeitkonstante (schwarze Symbole) für die Signalabklingzeit bei einem felderzeugenden Dauerstrom von 40 mA. Außerdem sind die Temperaturverläufe der beiden Zeitkonstanten τ_2 und τ_3 gezeigt, welche durch Anpassung von Einzelpulsen anhand von Gleichung 5.3 gewonnen wurden. Der zu beobachtende Temperaturverlauf der aus der Gesamtwärmekapazität C_{ges} und der thermischen Leitfähigkeit Gberechneten Abklingzeit τ lässt sich wie folgt erklären. Da die Gesamtwärmekapazität des Detektors mit steigender Temperatur weniger stark ansteigt als die Wärmeleitfähigkeit, nimmt somit die Abklingzeit der Detektorsignale ab. Nicht dargestellt ist die beobachtete Magnetfeldabhängigkeit der berechneten Signalabklingzeit. Diese äußert sich in einer mit steigendem Magnetfeld ansteigenden Zeitkonstante, da die Gesamtwärmekapazität bei konstanter Temperatur mit steigendem Magnetfeld zunimmt, die Wärmeleitfähigkeit jedoch mangetfeldunabhängig ist. Vergleicht man die in Abbildung 5.4 rechts gezeigten Zeitkonstanten τ_2 und τ_3 mit der berechneten Zeitkonstante τ , so stellt man fest, dass die Zeitkonstante τ_3 systematisch oberhalb der berechneten Zeitkonstante τ liegt und sich die Zeitkonstante τ_2 der berechneten Zeitkonstante mit steigender Temperatur annähert.

Die Existenz von mehr als einer Zeitkonstante könnte auf eine diffusive Ausbreitung der in den Detektor eingetragenen Energie hinweisen. Lassen sich die verschiedenen Wärmekapazitätssysteme nicht mehr als punktförmig annehmen, so ist die in Abschnitt 3.1.1 angenommene Beschreibung des Detektormodells als kanonisches Ensemble mit zwei diskreten Subsystemen nicht mehr gültig. In diesem Fall müsste die diffusive Ausbreitung von Wärme berücksichtigt werden, die allerdings kein exponentielles Zeitverhalten zeigt. Jedoch kann, wie im hier beobachteten Fall, der zeitliche Verlauf der Abklingzeit durch die Summe zweier Exponentialfunktionen angenähert werden, was zu der Beobachtung zweier unterschiedlicher Zeitkonstanten führt. Um dies zu verifizieren, müsste der Wärmefluss im Detektor in einem erweiterten Modell, welches die Wärmediffusion in Sensor und Absorber berücksichtigt, detailliert berechnet werden. Dieses auf Wärmediffusion im Sensor beruhende Auftreten von mehreren Abklingzeiten scheint jedoch unplausibel, da die Diffusion auch im Signalanstieg beobachtet werden müsste, dieser jedoch auf einer Zeitskala von etwa 1 μ s stattfindet und somit um nahezu drei Größenordnungen schneller ist.

Eine weitere mögliche Erklärung für das Auftreten mehrerer Zeitkonstanten könnte die Existenz des zusätzlich vorhandenen Wärmekapazitätssystems der Kernquadrupolmomente von Gold sein. Wie in der Vergangenheit beobachtet wurde [Sch00], lässt sich die Thermalisierung dieses Systems nicht, wie oben vereinfachend dargestellt, vollständig durch eine einzige Zeitkonstante, hier τ_1 , beschreiben, sondern es existiert eine Verteilung solcher Zeitkonstanten, die sich von etwa 100 μ s bis etwa 1 ms erstreckt. Fließt nun die in den Detektor eingetragene Wärme aus dem Absorber in den Sensor, so wird diese zunächst von dem Spin- beziehungsweise Elektronensystem aufgenommen und führt zum Signalanstieg. Anschließend fließt ein Teil der Wärme in das System der Kernquadrupolmomente. In dieser ersten Phase der Ther-

malisierung werden vornehmlich Kernquadrupolmomente mit kurzer Relaxationszeit gefüllt, was sich in Form der kürzesten Zeitkonstante τ_1 bemerkbar macht. Die zweite Phase der Thermalisierung ist etwas komplexer. Da die durch die metallische Verbindung zum Wärmebad eingestellte Abklingzeit zwischen der kürzesten und längsten Relaxationszeit der Kernquadrupolmomente von Gold liegt, fließt nun gleichzeitig Wärme in das Wärmebad und in die langsam relaxierenden Kernquadrupolmomente. Die daraus resultierende Relaxationszeit τ_2 ist somit geringer als die über die metallische Verbindung zum Wärmebad eingestellte Abklingzeit und beschreibt die zweite Phase der Thermalisierung. Die dritte Phase der Thermalisierung entspricht schließlich der Relaxation der langsamsten Kernquadrupolmomente und wird durch die Zeitkonstante τ_3 repräsentiert. Ob die hier gemachten Annahmen eine Erklärung für das beobachtete Thermalisierungsverhalten sind, ließe sich mit Hilfe eines thermodynamischen Modell, welches das System der Kernquadrupolmomente von Gold berücksichtigt, genauer untersuchen und wird in zukünftigen Messungen zu überprüfen sein. Ein hierbei interessanter Detektoraufbau könnte als Sensormaterial <u>Ag</u>:Er verwenden, da Ag kein Kernquadrupolmoment besitzt. Bereits in der Vergangenheit wurde <u>Ag</u>:Er-Vollmaterial als Sensormaterial verwendet ([Bur04], [Gör01]).

5.3.2 Signalanstieg

Abbildung 5.5 links zeigt den Signalanstieg für Photonen verschiedener Energie bei einem felderzeugenden Dauerstrom von 30 mA und einer Temperatur von 26 mK als Funktion der Zeit. Die angepassten Verläufe der Form $\Phi(t) = \Phi_0 (1 - e^{t/\tau_0})$ sind als gestrichelte Kurven dargestellt. Wie zu erkennen ist, besitzen die dargestellten Signale in etwa dieselbe Anstiegszeit von $\tau_0 \simeq 890$ ns. Die Signalform ist also nicht durch die Signal-Folge-Geschwindigkeit der verwendeten Elektronik limitiert. Abbildung 5.5 rechts zeigt das gemessene magnetische Flussrauschen im Detektor-SQUID im Frequenzbereich von 100 kHz bis 10 MHz. Das Niveau des weißen Rauschens des verwendeten SQUID-Magnetometers beträgt etwa $0.61 \mu \Phi_0 / \sqrt{\text{Hz}}$ bei einer Bandbreite von etwa 4 MHz. Daher sind die links gezeigten Signalanstiege auch nicht durch die Bandbreite des Detektoraufbaus limitiert. Dies wäre erst bei Anstiegszeiten unter etwa 50 ns der Fall.

In Abbildung 5.6 ist die Anstiegszeit der aufgezeichneten Detektorsignale als Funktion der Temperatur dargestellt. Wie zu erkennen ist, zeigt die Anstiegszeit der Detektorsignale eine deutliche Temperatur-, sowie Magnetfeldabhängigkeit. Konkret bedeutet das, dass die beobachteten Signalanstiegszeiten mit steigender Temperatur abnehmen und mit größer werdendem Magnetfeld zunehmen.

Die Anstiegszeiten der Detektorsignale bei Temperaturen unter 30 mK sind mit $\tau_0 \simeq 1 \,\mu$ s um etwa eine Größenordnung langsamer als bei bisher untersuchten mi-



Abb. 5.5: Links: Gemessene Signalanstiege (durchgezogene schwarze Kurven) nach der Absorption von Photonen mit unterschiedlichen Energien bei einem felderzeugenden Dauerstrom von 30 mA und einer Temperatur von 26 mK als Funktion der Zeit. Die gestrichelten Kurven entsprechen den angepassten Verläufen. Die dargestellten Signale besitzen etwa dieselbe Signalanstiegszeit von $\tau_0 \simeq 890$ ns. **Rechts**: Gemessenes magnetisches Flussrauschen (durchgezogene Kurve) im Detektor-SQUID bei einem felderzeugenden Dauerstrom von 30 mA und einer Temperatur von 28 mK. Die gestrichelte Kurve entspricht dem Niveau des weißen Rauschens des verwendeten SQUID-Magnetometers.

krostrukturierten magnetischen Kalorimetern [Fle09]. In jenen Detektoren war der Röntgenabsorber (6 μ m dickes galvanisch abgeschiedenes Gold) über sechzehn beziehungsweise fünfundzwanzig Stämme aus demselben Material mit dem planaren <u>Au</u>:Er-Sensor verbunden, welcher sich wiederum auf einer planaren mäanderförmigen Detektionsspule befand und auf der Oberseite frei zugänglich war. Die Stämme waren gleichmäßig über die Sensorfläche verteilt. Dies begünstigte die schnelle Thermalisierung von Absorber und Sensor und hatte zur Folge, dass die Anstiegszeit ($\tau_0 = 90$ ns) in sehr guter Näherung beschrieben werden konnte durch die Spin-Elektron Relaxationszeit mit der zugehörigen Korringa-Konstante für Er in Gold. Außerdem sollte in diesem Fall die Anstiegszeit der Detektorsignale im betrachteten Temperaturbereich weder temperaturabhängig noch magnetfeldabhängig sein.

Der beobachtete Wert der Signalanstiegszeit, sowie die zugehörige beobachtete Temperaturabhängigkeit und Magnetfeldabhängigkeit lässt sich wahrscheinlich auf Wärmeleitung zwischen Absorber und Sensor zurückführen. Die durch ein absorbiertes Photon im Absorber deponierte Wärme muss eine bestimmte Strecke überwinden, um aus dem Absorber in den Sensor zu fließen und dort vollständig zu äquilibrieren. Wie in Abschnitt 3.4 gezeigt, setzt sich diese Strecke aus den Absorberstämmen, sowie den zugehörigen magnetfeldfreien <u>Au</u>:Er-Stegen zusammen. Betrachtet man



Abb. 5.6: Anstiegszeit der aufgezeichneten Detektorsignale für verschiedene felderzeugende Dauerströme als Funktion der Temperatur.

einen Absorberstamm und den zugehörigen <u>Au</u>:Er-Steg als Nadelöhr für den Wärmefluss, so lässt sich in diesem vereinfachten Modell die Zeit, die die Wärme benötigt, um über Wärmeleitung in den Sensor zu gelangen über den Zusammenhang

$$\tau_0 = \frac{G_{\text{Steg}} + G_{\text{Stamm}}}{G_{\text{Steg}}G_{\text{Stamm}}} \frac{C_{\text{s}}C_{\text{a}}}{C_{\text{s}} + C_{\text{a}}}$$
(5.7)

grob abschätzen. Hierin bezeichnen $C_{\rm s}$, $C_{\rm a}$ die Wärmekapazität des Sensors beziehungsweise Absorbers und $G_{\text{Steg}}, G_{\text{Stamm}}$ die Wärmeleitfähigkeit des magnetfeldfreien <u>Au</u>:Er-Steges beziehungsweise Absorberstammes. Unter Berücksichtigung der geometrischen Abmessungen der Absorberstämme und der magnetfeldfreien Au: Er-Stege ergeben sich für deren thermische Leitfähigkeiten bei einer Temperatur von 30 mK unter Anwendung des Wiedemann-Franz-Gesetzes⁵ Werte von $G_{\rm Steg}=0,19\,\mu{\rm W/K}$ und $G_{\text{Stamm}} = 3.36 \,\mu\text{W/K}$. Berücksichtigt man ferner die Wärmekapazitäten des Sensors und des Absorbers bei gegebener Temperatur T und gegebenem felderzeugenden Dauerstrom I_0 inklusive der beobachteten zusätzlichen Wärmekapazität (siehe Abschnitt 5.3.3) bei 30 mK, so erhält man für die Zeit, die die in den Absorber eingetragene Wärme braucht, um in den Sensor zu gelangen unter Verwendung von Gleichung 5.7 etwa $\tau_0 = 0.9 \,\mu s$. Diese Zeit ist im wesentlichen durch die um mehr als eine Größenordnung niedrigere Wärmeleitfähigkeit der magnetfeldfreien Au:Er-Stege gegeben. Berücksichtigt man allein die Wärmeleitfähigkeit der Absorberstämme, so erhält man für die aus Gleichung 5.7 bestimmte Zeit weniger als $\tau_0 < 100 \,\mathrm{ns}$. In diesem Fall wäre man also durch, wie in älteren Detektoren mit fünfundzwanzig gleichmäßig verteilten Stämmen, die oben erwähnte Korringa-Zeit der Erbium-Ionen limitiert. Dies könnte man in einem erweiterten Detektor-Design erreichen, indem auf die feldfreien Au: Er-Stege verzichtet wird und die Stämme über die Sensorfläche

⁵Für den gesputterten Sensor wurde eine Erbium-Konzentration von x = 280 ppm und ein Restwiderstandsverhältnis von RRR=2,2 angenommen, für den galvanisch abgeschiedenen Goldabsorber ein Restwiderstandsverhältnis von RRR=15.

verteilt werden. Bei der hier diskutierten Sensor- und Spulengeometrie müssten hierfür an den Orten der Stämme natürlich kreisförmige Bereiche in der supraleitenden Deckschicht ausgespart werden, was technisch möglich und in puncto Signaleinbußen vertretbar wäre.

Es sei an dieser Stelle jedoch angemerkt, dass Signalanstiegszeiten unter 100 ns nur in sehr wenigen Anwendungen, wie zum Beispiel Experimenten zur Bestimmung der Neutrinomasse oder Koinzidenzspektroskopie, von entscheidender Bedeutung sind. Da diese kurzen Anstiegszeiten auch mit extremen Anforderungen an die Signal-Folge-Geschwindigkeit und Bandbreite der Ausleseelektronik einhergehen, stellt die hier beobachtete Anstiegszeit von $\tau_0 \simeq 1 \,\mu$ s für viele Anwendungen einen sehr attraktiven Kompromiss zwischen Zeitauflösung, Energieauflösung und Ausleseanforderung dar. Die Liste der Eigenschaften auf die sich die Anstiegszeit auswirkt, enthält auch die Energieauflösung, da τ_0 das frequenzabhängige Signal-zu-Rauschen-Verhältnis beeinflusst. Eine eingehende Analyse zeigt, dass die erzielbare Energieauflösung für $\tau_0 < 5 \,\mu$ s kaum von τ_0 abhängt, zu noch längeren Zeiten hin jedoch graduell degradiert wird.

Die beobachtete Magnetfeldabhängigkeit und Temperaturabhängigkeit der Anstiegszeit der Detektorsignale lässt sich mit Hilfe von Gleichung 5.7 erklären. Da sich mit zunehmendem Magnetfeld bei gleichbleibender Wärmeleitfähigkeit die Gesamtwärmekapazität des Detektors erhöht, nimmt die Anstiegszeit der Detektorsignale zu. Im betrachteten Temperaturbereich führt eine Erhöhung der Temperatur hingegen zu einem stärkeren Anstieg der Wärmeleitfähigkeit als der Wärmekapazität des Detektors und somit zu einer geringer werdenden Anstiegszeit der Detektorsignale.

5.3.3 Signalhöhe

Wie bereits in Abschnitt 2.3.3 ausführlich beschrieben, sollte die Signalgröße eines intrinsischen schnell thermalisierenden magnetischen Kalorimeters ausschließlich von dem Temperaturverlauf $\partial \Phi_{\rm S}/\partial T \propto \partial M/\partial T$ des von der Sensormagnetisierung erzeugten magnetischen Flusses im SQUID-Magnetometer und von der Gesamtwärmekapazität $C_{\rm ges}$ des Detektors abhängen. Die Gesamtwärmekapazität des Detektors sollte sich in guter Näherung aus der Wärmekapazität des <u>Au</u>:Er-Sensors und des Goldabsorbers zusammensetzen. Die Sensormagnetisierung $\Phi_{\rm S}(I,T)$ wurde in einer von den Signalhöhen unabhängigen Messung gemessen und stimmt wie in Abschnitt 5.2 dargestellt sehr gut mit den theoretisch berechneten Verläufen überein. Daher entspricht die Messung der Signalgröße $\delta \Phi_{\rm S}/\delta E$ indirekt einer Messung der Gesamtwärmekapazität des Detektors. Die Größe $\delta \Phi_{\rm S}$ bezeichnet in diesem Zusammenhang die Flussänderung im Detektor-SQUID nach einem Energieeintrag δE .

In Abbildung 5.7 links sind die gemessenen Signalgrößen (Symbole) als Funktion



Abb. 5.7: Links: Gemessene Signalgröße als Funktion der Temperatur für verschiedene felderzeugende Dauerströme. Die gestrichelten Kurven entsprechen den theoretischen Verläufen der Signalgröße. **Rechts**: Zusätzliche Wärmekapazität als Funktion der Temperatur für verschiedene felderzeugende Dauerströme.

der Temperatur für verschiedene felderzeugende Dauerströme gezeigt. Die numerisch berechneten Verläufe der Signalgrößen (gestrichelte Kurven) sind als Funktion der Temperatur unter Berücksichtigung des Temperaturverlaufs $\partial \Phi_S / \partial T$ der Magnetisierung des <u>Au</u>:Er-Sensors, sowie der erwarteten Gesamtwärmekapazität des Detektors dargestellt. Die Signalgröße wurde durch Extrapolation des exponentiellen Zerfalls des Signals bis zum Zeitpunkt des ersten Punktes im Signalanstieg bestimmt. Diese Art der Signalhöhenbestimmung ist gerechtfertigt, da der Signalanstieg nicht durch die Signal-Folge-Geschwindigkeit der Elektronik beschränkt ist und die Detektorsignale somit unverfälscht aufgenommen werden können (siehe Abschnitt 5.3.2).

Wie zu erkennen ist, sind die gemessenen Signalgrößen bei verschiedenen felderzeugenden Dauerströmen im Vergleich zu den vorhergesagten Signalgrößen um etwa
 $25\,\%$ reduziert.

Dabei sei angemerkt, dass bei den hier dargestellten Werten der gemessenen Signalhöhe pro Energieeintrag $\delta \Phi / \delta E$, vereinfachend angenommen wurde, dass dieser Übersetzungsfaktor $\delta \Phi / \delta E$ unabhängig von der deponierten Energie ist. Das bedeutet, dass sich der Detektor perfekt 'linear' verhält. In Abschnitt 5.5 werden wir sehen, dass dies nicht exakt stimmt, und dass zum Beispiel bei einer Betriebstemperatur von T = 30 mK und einem Dauerstrom von I = 30 mA die von 5,9 keV Röntgenphotonen erzeugte Signalgröße etwa 3,1 % kleiner ist, als ein lineares Verhalten erwarten lässt. Würde man die gezeigten Messwerte für $\delta \Phi / \delta E$ hinsichtlich der Nichtlinearität korrigieren, so würden alle Werte um etwa 2 % bis 5 % nach oben korrigiert werden, was die beobachtete Diskrepanz zur erwarteten Signalgröße geringfügig reduzieren würde.

Abweichungen der gemessenen von der berechneten Signalhöhe wurden bereits in einigen vorangegangenen Messungen beobachtet. In [Fle09] wurde ebenfalls ein mikrostrukturiertes magnetisches Kalorimeter mit gesputtertem Au und galvanisch aufgebrachtem Goldabsorber diskutiert. Die dort beobachtete relative Abweichung der Signalhöhen stimmt in etwa mit der in dieser Arbeit gemessenen relativen Abweichung der Signalhöhen überein. Wenn man davon ausgeht, dass in der Berechnung der erwarteten Signalhöhen mit Ausnahme der Linearität des Detektors keine falschen Annahmen eingehen, ist die wahrscheinlichste Ursache für die Abweichung der gemessenen von den berechneten Signalhöhen eine erhöhte Gesamtwärmekapazität des Detektors.

In Abbildung 5.7 rechts ist die Abweichung der gemessenen Gesamtwärmekapazität als Funktion der Temperatur für verschiedene felderzeugende Dauerstöme dargestellt. Dabei wurde die Gesamtwärmekapazität des Detektors über die Beziehung

$$C_{\rm ges} = \frac{\partial \Phi_{\rm S}}{\partial T} \left(\frac{\delta \Phi_{\rm S}}{\delta E} \right)^{-1} \tag{5.8}$$

aus der gemessenen Signalhöhe $\delta \Phi_{\rm S}/\delta E$ ohne Nichtlinearitätskorrektur und dem Temperaturverlauf $\partial \Phi_{\rm S}/\partial T$ der Magnetisierung des Sensors bestimmt. Die gemessene Abweichung ist im betrachteten Temperaturbereich für unterschiedliche felderzeugende Dauerströme näherungsweise konstant und nimmt einen Wert von etwa $C_{\rm zus} \simeq 0.25 \, {\rm pJ/K}$ an. Somit beträgt die Abweichung der gemessenen Gesamtwärmekapazität etwa 25 % von der erwarteten Gesamtwärmekapazität.

Ein gewisser Anteil dieses zusätzlichen Beitrages zur Wärmekapazität kann auf einfache Weise erklärt werden. Zum einen wurden die hier gezeigten Werte von C_{ges} ohne Korrektur der Nichtlinearität ermittelt. Eine Berücksichtigung dieses Effektes würde die Diskrepanz auf etwa 22% reduzieren. Des Weiteren wurden bei der Berechnung der erwarteten Signalgröße beziehungsweise Gesamtwärmekapazität die feldfreien Au:Er-Stege, auf denen die Absorberstämme landen, und der Au:Er-Steg, der den Heizpuls zu Testzwecken erzeugt, nicht berücksichtigt. Diese Bereiche erhöhen das Au:Er-Volumen um etwa 7%. Die spezifische Wärme von Au:Er ist aufgrund der Wechselwirkung zwischen den Er-Ionen selbst ohne äußeres Magnetfeld verhältnismäßig groß und entspricht circa 30 % bis 50 % der spezifischen Wärme des Au: Er-Sensormaterials in der Spule bei den hier betrachteten Feldern. Dies reduziert den bisher nicht erklärten zusätzlichen Beitrag zur Gesamtwärmekapazität auf etwa 18%, also circa 0,18 pJ/K. Für diesen verbleibenden zusätzlichen Beitrag zur spezifischen Wärme gibt es derzeit noch keine gute mikroskopische Erklärung, allerdings eine Reihe von empirischen Fakten, die nahe legen, dass in gesputtertem Gold und <u>Au</u>:Er-Schichten, zumindest in allen, die in unserem Reinraum gesputtert werden,

ein zusätzlicher Beitrag dieser Art auftritt. Dies wurde aus dem Vergleich von Messergebnissen an Detektoren ohne Goldabsorber gefolgert. Normiert man die jeweils auftretende zusätzliche Wärmekapazität mit dem Volumen (beziehungsweise Stoffmenge) an gesputtertem Au beziehungsweise <u>Au</u>:Er, so erhält man Werte zwischen 5 J/K/m^3 (hauptsächlich Au) und 10 J/K/m^3 (hauptsächlich <u>Au</u>:Er). Wie beim hier diskutierten Detektor, so war diese zusätzliche Wärmekapazität auch in den älteren Messungen temperaturunabhängig und äquilibrierte mit den Leitungselektronen beziehungsweise Phononen schneller als die magnetischen Momente. Normieren wir für den hier diskutierten Detektor den bisher noch unerklärten Beitrag mit dem Volumen des gesputterten <u>Au</u>:Er- und Au-Materials (Sensor und Absorber-Keimschicht) so erhalten wir etwa 10 J/K/m^3 , ein Wert, der mit den bisherigen Beobachtungen gut verträglich ist.

Ungeklärt ist jedoch weiterhin, welche Freiheitsgrade zu dieser zusätzlichen spezifischen Wärme führen. In Frage kämen atomare Tunnelsysteme beziehungsweise Kern-Quadrupolaufspaltungen von Gold-Kernen (I = 3/2) auf Gitterplätzen mit nicht-kubischem Kristallfeld. Die schlechte kristalline Qualität gesputterter Goldfilme ($RRR \simeq 2.2$) lässt beide Erklärungen plausibel erscheinen.

5.4 Analyse der Rauschbeiträge

In Abbildung 5.8 ist das gemessene magnetische Flussrauschen im Detektor-SQUID bei einer Temperatur von 28 mK und einem felderzeugenden Dauerstrom von 25 mA dargestellt. Das gezeigte Rauschspektrum entspricht der Fouriertransformation von aufgenommenen Zeitfenstern ohne Puls, sogenannten Ruhesignalen. Um einerseits eine möglichst hohe Frequenzauflösung zu erhalten und andererseits den gesamten Frequenzbereich von 1 Hz bis 10 MHz aufzeichnen zu können, wurden für das gezeigte Rauschspektrum insgesamt vier verschiedene Rauschmessungen mit Zeitfenstern unterschiedlicher Länge durchgeführt.

Wie in Kapitel 3 beschrieben, kann das magnetische Flussrauschen des Detektors gemäß Gleichung 3.6 beschrieben werden. Da das magnetische Johnson-Rauschen normalleitender Elemente im Experimentaufbau nur eine untergeordnete Rolle spielt, werden in der folgenden Diskussion des Gesamtrauschens des Detektors die thermodynamischen Energiefluktuationen, das Rauschen des SQUID-Magnetometers, sowie das 1/f-Rauschen der Erbium-Ionen berücksichtigt. Bei der Berechnung des theoretisch erwarteten Gesamtrauschens wurde die im vorigen Abschnitt gefundene zusätzliche Wärmekapazität berücksichtigt.

Die einzelnen Rauschbeiträge, sowie das berechnete Gesamtrauschen des Detektors sind als gestrichelte Kurven dargestellt. Im Bereich hoher Frequenzen, von



Abb. **5.8:** Gemessenes magnetisches Flussrauschen im Detektor-SQUID (durchgezogene Kurve) bei einer Temperatur von 28 mK und einem felderzeugenden Dauerstrom von 25 mA. Die gestrichelten Kurven entsprechen den einzelnen Rauschbeiträgen: \sqrt{S}_{SOUID} bezeichnet das Rauschen des SQUID-Magnetometers, $\sqrt{S}_{\rm Er}$ steht für das 1/f-Er-Rauschen und \sqrt{S}_{TD} repräsentiert die thermodynamischen Energiefluktuationen.

100 kHz bis etwa 5 MHz, erkennt man das frequenzunabhängige weiße Rauschen des SQUID-Magnetometers. Dieses ist in Form des frequenzunabhängigen Teils der blauen gestrichelten Kurve dargestellt. Es besitzt einen Wert von $0.61 \mu \Phi_0 / \sqrt{\text{Hz}}$ und schneidet bei einer Frequenz von etwa 4,5 MHz ab. Diese Abschneidefrequenz entspricht der in diesem Experiment gewählten Bandbreite der SQUID-Elektronik und erlaubt eine Zeitauflösung von weniger als 100 ns. Wie in Abschnitt 5.3.2 bereits erwähnt, ist es somit möglich, die beobachteten Signalanstiege unverfälscht aufzunehmen. Das weiße Rauschen des SQUID-Magnetometers, sowie die erreichte Bandbreite entsprechen verhältnismäßig guten Werten für den verwendeten Experimentaufbau.

Im Frequenzbereich von etwa 30 Hz bis 1 kHz dominieren die 1/f-Rauschbeiträge, sowie die thermodynamischen Energiefluktuationen das Gesamtrauschen des Detektors. Dabei machen die thermodynamischen Energiefluktuationen in diesem Bereich den größten Anteil des Rauschens aus. Dieser ist als pinke gestrichelte Kurve dargestellt. In Abschnitt 3.1.1 wurde bereits erwähnt, dass der Rauschbeitrag, der durch die thermodynamischen Energiefluktuationen hervorgerufen wird, sehr stark von der Abklingzeit, sowie von der Anstiegszeit der Detektorsignale abhängt. Diese entsprechen den Abschneidefrequenzen des zugehörigen niederfrequenten beziehungsweise hochfrequenten Plateaus, wie in Abbildung 5.8 zu sehen ist. Somit lässt sich in einer, von den Detektorsignalen unabhängigen Messung, wie bereits in Abschnitt 5.3.1 erwähnt, aus der Abschneidefrequenz des niederfrequenten Plateaus die Abklingzeit der Detektorsignale bei gegebener Temperatur und gegebenem felderzeugenden Dauerstrom bestimmen. Für das hier gezeigte Rauschspektrum bei einer Temperatur von 28 mK und einem felderzeugenden Dauerstrom von 25 mA wurde eine Abklingzeit von etwa 0.57 ms gefunden. Diese entspricht bis auf wenige Prozent Abweichung den in Abschnitt 5.3.1 präsentierten Ergebnissen der Abklingzeit der Detektorsignale.

Ab Frequenzen unterhalb etwa 30 Hz dominieren die beiden 1/f-Rauschbeiträge,

das 1/f-Rauschen der Erbium-Ionen, sowie das 1/f-Rauschen des SQUID-Magnetometers, das Gesamtrauschen des Detektors. Zunächst soll das beobachtete 1/f-Rauschen der Erbium-Ionen detaillierter betrachtet werden. Der Anteil des 1/f-Rauschens der Erbium-Ionen ist als grüne gestrichelte Kurve dargestellt und besitzt bei einer Frequenz von 1 Hz einen Wert von etwa $14 \mu \Phi_0 / \sqrt{\text{Hz}}$. Dieser Wert geht auf das Ergebnis einer Berechnung des 1/f-Rauschens der Erbium-Ionen für den in dieser Arbeit verwendeten Detektor gemäß der in Abschnitt 3.1.4 angegebenen Gleichung zurück. Dabei wurde für den Rauschbeitrag pro Erbium-Ion ein Wert von $S_{\rm m}(f) \simeq 0.12 \,\mu_{\rm B}^2/f^{\alpha}$ angenommen (siehe [Fle09]). Die Messungen bestätigen die bereits mehrfach beobachtete Temperaturunabhängigkeit dieses Wertes [Fle03]. Des Weiteren wurde entgegen der Beobachtungen in [Pab08] keine Evidenz für eine Magnetfeldabhängigkeit dieses Wertes beobachtet, obwohl Magnetfeldstärken bis etwa 7 mT im Sensor erreicht wurden⁶. Für den Exponenten α wurde in den durchgeführten Messungen des magnetischen Flussrauschens ein Wert von $\alpha = 0.8$ gefunden. Vergleichbare Frequenzabhängigkeiten wurden bereits in vergangenen Arbeiten beobachtet [Pie08]. Jedoch wurden in der Vergangenheit auch Werte mit $\alpha = 1.0$ gefunden, wobei in diesen Messungen Au: Er-Vollmaterial als Sensormaterial verwendet wurde [Fle03]. Bislang ist die Ursache des 1/f-Rauschens der Erbium-Ionen nicht verstanden. Lediglich einige Eigenschaften, wie z.B. dessen Temperaturunabhängigkeit wurden in verschiedenen Messungen übereinstimmend beobachtet. Ebenso existieren voneinander abweichende Beobachtungen, wie etwa bezüglich dessen Magnetfeldabhängigkeit oder dessen Frequenzabhängigkeit. Um die Ursache des 1/f-Rauschens der Erbium-Ionen zu verstehen, ist es unerlässlich systematische Messungen durchzuführen, die ausschließlich dazu dienen, die Herkunft dieses Rauschbeitrages aufzuklären.

Der 1/f-Anteil des magnetischen Flussrauschens des SQUID-Magnetometers ist als blaue gestrichelte Linie im niederfrequenten Bereich dargestellt. Wie oben bereits erwähnt, dominiert dieser Rauschbeitrag zusammen mit dem 1/f-Erbium-Rauschen den niederfrequenten Teil des gemessenen Flussrauschens unterhalb von 30 Hz. Die Amplitude des 1/f-Anteils des SQUID-Magnetometers wurde bei der Anpassung an das gemessene Rauschen als freier Parameter gewählt, da im Rahmen dieser Arbeit aus Zeitgründen keine Rauschmessung des Experimentaufbaus ohne Detektorchip durchgeführt werden konnte und somit der Wert des 1/f-Rauschens des SQUID-Magnetometers bei einer Frequenz von 1 Hz, sowie dessen Frequenzabhängigkeit nur unzureichend bekannt ist⁷. Für das 1/f-Rauschen des SQUID-Magnetometers wurde bei einer Frequenz von 1 Hz ein Wert von $12 \mu \Phi_0 / \sqrt{\text{Hz}}$ mit einer Frequenzabhängig-

 $^{^{6}}$ Dieser Wert wurde mit Hilfe der in Abschnitt 2.3.2 quasi dreidimensionalen Simulation für einen felderzeugenden Dauerstrom von 40 mA errechnet.

⁷Hierbei würde man plausibler Weise davon ausgehen, dass der Wert des 1/f-Rauschens des SQUID-Magnetometers, sowie dessen Frequenzabhängigkeit in guter Näherung unabhängig davon sind, ob mit oder ohne angeschlossenem Detektorchip gemessen wird.

keit von $\alpha = 1,0$ gefunden. Entgegen den Beobachtungen vergangener Messungen, in denen ähnliche SQUID-Magnetometer verwendet wurden, erscheint der Wert des 1/f-Rauschens des SQUID-Magnetometers bei einer Frequenz von 1 Hz vergleichsweise hoch ([Ran09]). Dies kann allerdings mit der Unsicherheit in der Bestimmung des Anteils des 1/f-Rauschens der Erbium-Ionen zusammenhängen. Dieser wurde möglicherweise als zu niedrig eingeschätzt, wodurch sich ein erhöhtes 1/f-Rauschen des SQUID-Magnetometers bei einer Frequenz von 1 Hz ergäbe. Um in diesem Sachverhalt Klarheit zu schaffen, ist es unumgänglich das magnetische Flussrauschen des Experimentaufbaus ohne Detektorchip zu messen und daraus den Anteil des 1/f-Rauschens des SQUID-Magnetometers bei einer Frequenz von 1 Hz, sowie dessen Frequenzabhängigkeit zu bestimmen.

5.5 Analyse der Linearität

Man bezeichnet einen Detektor als linear, wenn die Amplituden der aufgezeichneten Detektorsignale proportional zu den in den Detektor eingetragenen Energien sind. Da sich allerdings mit der durch die Absorption eines Photons hervorgerufenen Temperaturerhöhung des Sensors die thermodynamischen Eigenschaften des Detektors ändern, ist eine Abweichung von diesem linearen Verhalten zu erwarten. Um die Linearität eines Detektors zu bestimmen, ist somit die genaue Kenntnis der wahren Energie von mindestens zwei im aufgezeichneten Spektrum auftretenden Linien unerlässlich. Die zur Charakterisierung des in dieser Arbeit diskutierten Detektors verwendete ⁵⁵Fe-Röntgenquelle ist dafür sehr gut geeignet, da der Abstand zwischen K_{α} - und K_{β} -Linie hinreichend groß ist.

Abbildung 5.9 zeigt die Amplitude der Detektorsignale der K_{α} - und K_{β} -Linie als gemessene Energie in Abhängigkeit von der wahren Energie dieser Spektrallinien (nach [Höl97]). Wie zu erkennen ist, beträgt die durch die Nichtlinearität des Detektors hervorgerufene Abweichung der gemessenen Energie der K_{α} -Linie etwa 180 eV. Somit liegt die gemessene Nichtlinearität des Detektors bei einem Energieeintrag von 5,9 keV bei etwa $\eta \simeq -3,1\%$.

Wie in [Lin07] dargestellt, ist die Nichtlinearität η eines metallischen magnetischen Kalorimeters invers proportional zu dessen Gesamtwärmekapazität C_{ges} und lässt sich in erster Ordnung über die Relation

$$\eta(E_0) = \frac{E_0}{2C_{\text{ges}}} \left(\frac{\delta\Phi_{\text{S}}}{\delta E}\right)^{-1} \frac{\partial}{\partial T} \left(\frac{\delta\Phi_{\text{S}}}{\delta E}\right)$$
(5.9)

berechnen, wobei E_0 die wahre in den Detektor eingetragene Energie bezeichnet. Setzt man die Temperaturabhängigkeit der Signalhöhen als bekannt voraus, so stellt die Analyse der Nichtlinearität eine weitere, unabhängige Messung zur Bestimmung


Abb. 5.9: Oben: Gemessene Energie der K_{α}und K_{β}-Linie als Funktion der wahren Energien (siehe [Höl97]). Die gemessenen Energien der beiden Spektrallinien wurden aus dem in Abschnitt 5.6 diskutierten Spektrum extrahiert. Unten: Abweichung der gemessenen Energie von der wahren Energie.

der Gesamtwärmekapazität des Detektors dar. Unter Berücksichtigung der in Abschnitt 5.3.3 beobachteten zusätzlichen Wärmekapazität erwartet man unter Verwendung von Gleichung 5.9 für die erwartete Nichtlinearität ebenfalls einen Wert von -3,1% bei 5,9 keV. Diese Tatsache ist ein weiterer Hinweis auf die Existenz einer zusätzlichen Gesamtwärmekapazität, deren Betrag in dieser Messung auf $0,25 \,\mathrm{pJ/K}$ abgeschätzt werden kann. Dieser Wert deckt sich mit dem in Abschnitt 5.3.3 gefundenen Wert.

5.6 Röntgenspektroskopie

5.6.1 Analyse des Gesamtspektrums der ⁵⁵Fe-Röntgenquelle

Um die erreichbare Energieauflösung des in dieser Arbeit entwickelten Detektors zu bestimmen, wurde das Fluoreszenzspektrum der in Abschnitt 4.7 beschriebenen ⁵⁵Fe-Röntgenquelle bei einer Detektor-Temperatur von 28 mK und einem felderzeugenden Dauerstrom von 30 mA aufgezeichnet. Insgesamt wurden bei einer mittleren Rate von etwa 0,3 Teilchen/s circa 7000 Ereignisse aufgezeichnet. Für jedes getriggerte Photon wurde ein Zeitfenster von 16384 Spannungswerten mit einer Spannungsauflösung von 14 bit aufgenommen, wobei die Hälfte dieser Punkte auf den Zeitraum vor dem Triggerzeitpunkt entfiel.

Wie in Abschnitt 4.6 beschrieben, wurde das Ausgangssignal der SQUID-Elektronik in zwei Kanäle aufgeteilt. Einer dieser Kanäle diente als Temperaturinformation und wurde mit einem Tiefpass gefiltert, dessen Abschneidefrequenz 1 MHz betrug. Der andere Kanal fungierte sowohl als Trigger-, als auch als Signalkanal und wurde daher mit einem Bandpass gefiltert, dessen Abschneidefrequenzen bei 3 Hz und 1 MHz lagen.

Zu Beginn der Datenaufzeichnung betrug die Temperatur der Experimentierplattform 28 mK, wobei auf eine Stabilisierung der Temperatur während der Datenaufzeichnung verzichtet wurde. Wie bereits in Abschnitt 5.2 beschrieben, führen Temperaturänderungen des Detektorchips aufgrund des nicht-gradiometrischen Detektoraufbaus zu einer messbaren Änderung des magnetischen Flusses. Daher dient für jedes Detektorsignal die mittlere Spannung der dem Triggerzeitpunkt vorausgehenden Nulllinie, der sogenannte Pretrigger-Offset, als Temperaturinformation. Korreliert man die Amplitude jedes Detektorsignals mit dem zugehörigen Pretrigger-Offset, so lassen sich die temperaturbedingten Schwankungen der Amplituden der Detektorsignale korrigieren.

Zusätzlich wurde vor jedem Ereignis ein Ruhesignal aufgenommen. Diese aufgezeichneten Ruhesignale repräsentieren das während der Datenaufzeichnung vorhandene Rauschspektrum. Dieses setzt sich neben dem intrinsischen Rauschen des Detektors und des SQUID-Magnetometers aus externen Rauschbeiträgen, wie etwa Vibrationen der Experimentierplattform, zusammen und wird für die Datenauswertung benötigt.

Die Analyse des aufgezeichneten Fluoreszenzspektrums wurde mit Hilfe der in Abschnitt 4.6 beschriebenen Methode des optimalen Filterns durchgeführt. Dazu wurden zunächst die zur K_{α} -Linie gehörenden Detektorsignale identifiziert und aus fünfzig dieser Signale ein Musterpuls erzeugt. Die aus den aufgezeichneten Ruhesignalen erhaltenen Rauschspektren wurden gemittelt und zusammen mit dem fouriertransformierten Musterpuls, der sogenannten Punktantwortfunktion, zur Erstellung der Filterfunktion verwendet. Diese wurde auf jedes getriggerte Zeitfenster und jedes Ruhesignal angewandt.

Als Ergebnis der Datenauswertung erhält man für jedes Photon-Signal eine zur Amplitude des Musterpulses relative Signalamplitude. Die Häufigkeitsverteilung dieser relativen Signalamplituden entspricht somit dem Fluoreszenzspektrum der verwendeten ⁵⁵Fe-Röntgenquelle. Dafür wurde die Energieskala unter Verwendung der aus [Höl97] bekannten Lage der K_{α}-Linie kalibriert, der Einfluss von Temperaturdriften mit Hilfe der beschriebenen Pretrigger-Offset-Amplituden-Korrelation korrigiert und die im letzten Abschnitt diskutierte Nicht-Linearität des Detektors bereinigt.

In Abbildung 5.10 ist das mit dem in dieser Arbeit verwendeten Ein-Pixel-Detektor aufgezeichnete Fluoreszenzspektrum einer ⁵⁵Fe-Röntgenquelle unter Berücksichtigung aller aufgezeichneten Detektorsignale dargestellt. Deutlich zu erkennen sind die



Abb. 5.10: Fluoreszenzspektrum einer 55 Fe-Röntgenquelle, aufgezeichnet mit dem in dieser Arbeit diskutierten Ein-Pixel-Detektor bei einer Temperatur von 28 mK und einem felderzeugenden Dauerstrom von 30 mA. Die beiden signifikanten Linien bei Energien von etwa 5,9 keV und 6,5 keV entsprechen der zugehörigen K_{α}-beziehungsweise K_{β}-Linie von 55 Mn.

 K_{α} -, sowie die etwa neunmal kleinere K_{β} -Linie bei Energien von 5,9 keV und 6,5 keV, wobei diese zur besseren Darstellung noch einmal vergrößert dargestellt sind. Im folgenden Abschnitt wird eine genauere Analyse der K_{α} -Linie von ⁵⁵Mn durchgeführt werden.

5.6.2 Analyse der K_{α} -Linie von ⁵⁵Mn

Zur Bestimmung der Energieauflösung des hier diskutierten Detektors eignet sich zum Beispiel die Analyse der gemessenen Linienform der K_{α} -Röntgenfluoreszenzlinie von ⁵⁵Mn. Wie bereits in Abschnitt 4.7 beschrieben, entsteht die K_{α} -Linie von ⁵⁵Mn durch Übergänge von Elektronen der L-Schale in die K-Schale. Unter Berücksichtigung der Feinstrukturaufspaltung sind für Elektronen in der L-Schale zwei Energiezustände, $2p_{3/2}$ und $2p_{1/2}$, möglich. Dagegen ist für Elektronen der K-Schale nur der Energiezustand $1s_{1/2}$ vorhanden. In Abbildung 5.11 links ist die natürliche Linienform der K_{α} -Linie von ⁵⁵Mn gezeigt. Diese wurde von G. Hölzer et al. mit Hilfe eines Kristallspektrometers vermessen (siehe [Höl97]). Dabei entspricht die höherenergetische $K_{\alpha 1}$ -Linie dem Übergang $2p_{3/2} \rightarrow 1s_{1/2}$ und die $K_{\alpha 2}$ -Linie dem Übergang $2p_{1/2} \rightarrow 1s_{1/2}$. Die natürliche Linienbreite beider Spektrallinien beträgt etwa 2,5 eV.

In Abbildung 5.11 rechts ist das gemessene Energiespektrum der K_{α}-Linie von ⁵⁵Mn dargestellt. Um das gemessene Energiespektrum der K_{α}-Linie zu beschreiben, wird die natürliche Linienform mit einer Gauß-Verteilung, die die instrumentelle Linienform des Detektors repräsentieren soll, gefaltet. Das Ergebnis dieser Faltung wird durch die rote durchgezogene Kurve dargestellt. Die beste Übereinstimmung mit den gemessenen Daten wurde für eine instrumentelle Linienbreite von $\Delta E_{\rm FWHM} = 1,96 \, {\rm eV}$ erhalten.



Abb. 5.11: Links: Natürliche Linienform der K_{α}-Linie von ⁵⁵Mn. Rechts: Gemessene Linienform der K_{α}-Linie von ⁵⁵Mn. Die rote durchgezogene Kurve entspricht einer Anpassung an die gemessenen Daten. Dafür wurde die natürliche Linienform der K_{α}-Linie mit einer Gauß-Verteilung der Breite $\Delta E_{\rm FWHM} = 1,96 \, \text{eV}$ gefaltet.

5.6.3 Analyse der Energieauflösung

In der in Abschnitt 3.3 vorgestellten Optimierungsrechnung wurde für die erreichbare Energieauflösung des dort betrachteten Ein-Pixel-Detektors bei einer Arbeitstemperatur von 30 mK und unter der Annahme optimaler Detektorparameter ein Wert von $\Delta E_{\rm FWHM} = 0.8 \,\text{eV}$ gefunden. Wie gerade dargestellt, wurde mit dem im Rahmen dieser Arbeit entwickelten Detektor jedoch nur eine Energieauflösung von $\Delta E_{\rm FWHM} = 1.96 \,\text{eV}$ erzielt. Der Unterschied zwischen diesen beiden Werten für die Energieauflösungen soll auf den nächsten Seiten im Detail analysiert werden.

Wie in Abschnitt 3.3 bereits diskutiert wurde, lässt sich die erreichbare Energieauflösung über den spektralen Verlauf des Signal-zu-Rauschen-Verhältnisses berechnen. Dieses ist durch den Quotienten aus fouriertransformierter Punktantwortfunktion des Detektors und der scheinbaren spektralen Rauschleistungsdichte des Energieinhalts des Spinsystems gegeben. Dabei ist zu beachten, dass die Signalgröße $\delta \Phi / \delta E$ indirekt in die Berechnung der erreichbaren Energieauflösung eingeht.

Zunächst sei angemerkt, dass einige Parameter des in dieser Arbeit entwickelten und hergestellten Ein-Pixel-Detektors nicht exakt mit den Werten übereinstimmen, die in Abschnitt 3.3 bei der Optimierung der Detektorparameter und der Berechnung der erreichbaren Energieauflösung verwendet wurden. Dazu zählen die im Sensor enthaltene Erbium-Konzentration (real 280 ppm statt 208 ppm) und der verwendete felderzeugende Dauerstrom (real 30 mA statt 27 mA). Außerdem weichen die Breite (real 5,0 μ m statt 5,5 μ m), und somit die Spaltbreite zwischen zwei Niob-Streifen (real 2,0 μ m statt 1,5 μ m) der Detektionsspule von den dort diskutierten Werten ab. Unter Berücksichtigung der realen Parameter ergibt sich für die erreichbare Energieauflösung bei 30 mK ein Wert von $\Delta E_{\rm FWHM} = 0.9 \,\text{eV}$.

Weitaus größeren Einfluss auf die erreichbare Energieauflösung haben allerdings das während der Datenaufzeichnung beobachtete magnetische Flussrauschen des Detektors, sowie die gemessene Signalgröße $\delta\Phi/\delta E$. In Abschnitt 5.4 wurde bereits von einem erhöhten magnetischen Flussrauschen des Detektors berichtet. Grund dafür war vermutlich ein unerwartet hohes Rauschen des verwendeten SQUID-Magnetometers. Berücksichtigt man die bei der Analyse des Rauschens gefundenen Werte für das magnetische Flussrauschen des SQUID-Magnetometers, so ergibt eine Neuberechnung der Energieauflösung einen Wert von $\Delta E_{\rm FWHM} = 1,17$ eV bei einer Temperatur von 30 mK.

Im nächsten Schritt soll der Einfluss der im Vergleich zu der Erwartung reduzierten Signalgröße betrachtet werden. Wie bereits in Abschnitt 5.3.3 erwähnt, führt die erhöhte Gesamtwärmekapazität des Detektors zusammen mit der reduzierten Flusskopplung zu einer Signalgröße, die um etwa 25 % kleiner als die erwartete Signalgröße ist. Die erreichbare Energieauflösung muss somit auf einen Wert von $\Delta E_{\rm FWHM} = 1,68 \,\text{eV}$ korrigiert werden. Berücksichtigt man ferner die etwas niedrigere Arbeitstemperatur von 28 mK, sowie die gemessene Signalabfallszeit von 0,58 ms, die um einen Faktor 2 kleiner ist als geplant, so erhält man für die erreichbare Energieauflösung einen Wert von $\Delta E_{\rm FWHM} = 1,74 \,\text{eV}$. Dieser Wert weicht um etwa 1 eV deutlich von dem ursprünglich berechneten Wert ab, berücksichtigt jedoch sämtliche experimentell bestimmten Detektorparameter. Außerdem ist dieser Wert um etwa 0,2 eV kleiner als der experimentell bestimmte Wert der Energieauflösung. Dieser Sachverhalt soll im folgenden genauer analysiert werden.

Wie oben bereits erwähnt, wurde während der Datenaufzeichnung zusätzlich zu jeder aufgenommenen Pulsantwort des Detektors ein Ruhesignal aufgezeichnet. Nimmt man nun an, dass das Rauschen des Detektors stationär⁸ ist, so lässt sich aus den gemessenen Ruhesignalen und der gemessenen Pulsantwort des Detektors die erreichbare Energieauflösung ermitteln. Dazu wendet man auf jedes aufgenommene Ruhesignal den oben beschriebenen Algorithmus zur Bestimmung der Energie eines Detektorsignals an. Daraus erhält man eine Verteilung von Energiewerten um die Energie Null. Zu der Halbwertsbreite dieser Verteilung tragen alle Anteile des Rauschens bei, die im elektronischen Signal des Detektors vorhanden sind.

In Abbildung 5.12 ist die mit der beschriebenen Methode bei einer Temperatur von 28 mK und einem felderzeugenden Dauerstrom von 30 mA gemessene Verteilung der Ruhesignale dargestellt. Hierin entspricht die rote durchgezogene Kur-

⁸Darunter versteht man, dass sich das Rauschen der Ruhesignale nicht systematisch von dem den aufgezeichneten Pulsantworten des Detektors überlagerten Rauschen unterscheidet.



Abb. 5.12: Gemessene Energie-Verteilung der Ruhesignale bei einer Temperatur von 28 mK und einem felderzeugenden Dauerstrom von 30 mA. Die durchgezogene rote Kurve entspricht einer Gauß-Verteilung mit einer Halbwertsbreite von $\Delta E_{\rm FWHM} = 1,80 \,{\rm eV}.$

ve einer an die Daten angepassten Gauß-Verteilung mit einer Halbwertsbreite von $\Delta E_{\rm FWHM} = 1,80 \,{\rm eV}$. Wie zu erkennen ist, beschreibt die angepasste Gaußkurve die gemessene Verteilung sehr gut und ihre Breite stimmt wie erwartet gut mit dem aus den einzelnen Beiträgen zum Rauschen und der tatsächlich beobachteten Signalform berechneten Wert von $\Delta E_{\rm FWHM} = 1,74 \,{\rm eV}$ überein.

Wie in Abschnitt 5.6.2 dargestellt, beträgt die aus der Analyse der K_{α} -Linie von ⁵⁵Mn ermittelte Energieauflösung des Detektors $\Delta E_{\rm FWHM} = 1.96 \, {\rm eV}$. Dieser Wert weicht somit um etwa 10 % von der Linienbreite, die aus der Verteilung der Ruhesignale ermittelt wurde, ab. Trotz der geringen Statistik kann man anhand von Abbildung 5.11 jedoch erkennen, dass sowohl die $K_{\alpha 1}$, als auch die $K_{\alpha 2}$ -Linie jeweils auf der niederenergetischen Flanke verbreitert erscheinen. Diese Beobachtung lässt vermuten, dass einem gewissen Teil der von dem Detektor registrierten Ereignisse eine etwas zu kleine Energie zugeordnet wird. Dieser Effekt wurde bereits in der Vergangenheit beobachtet [Kem07] und konnte auf eine Positionsabhängigkeit des Detektors oder einen variierenden Verlust von Energie über athermische Phononen an das Substrat zurückgeführt werden. In Fällen, in denen die Signalform und -höhe stark vom Absorptionsort des Photons im Absorber abhängen, würde man eine messbare Verteilung von Signalanstiegszeiten erwarten. Eine derartige Verteilung wurde beim hier diskutierten Detektor jedoch nicht beobachtet. Der Verlust von Energie über athermische Phononen bei Ereignissen, bei denen das Röntgenphoton in der Nähe eines Absorberstammes absorbiert wird, ist hingegen aufgrund der in Abschnitt 3.4 beschriebenen Absorbergeometrie nicht unwahrscheinlich, da der Absorber über fünf Stämme und somit etwa 10 % seiner Gesamtfläche mit dem darunter befindlichen Au: Er-Sensor verbunden ist. Der Verlust von Energie über athermische Phononen ließe sich in einem zukünftigen Experiment relativ einfach verhindern, indem einerseits die Kontaktfläche zwischen dem Absorber und den Absorberstämmen reduziert und andererseits die Länge der Absorberstämme erhöht wird.



Abb. 5.13: Gemessene Linienform der K_{α} -Linie von ⁵⁵Mn. Die rote durchgezogene Kurve entspricht einer Anpassung an die hochenergetische Flanke der gemessenen K_{α} -Linie. Dafür wurde die natürliche Linienform der K_{α} -Linie mit einer Gauß-Verteilung der Breite $\Delta E_{\rm FWHM} = 1,8 \, {\rm eV}$ gefaltet.

In Abbildung 5.13 ist noch einmal das gemessene Spektrum der K_{α}-Linie von ⁵⁵Mn aus Abbildung 5.11 rechts dargestellt. Gegenüber Abbildung 5.11 wurde die Anpassung jedoch nur an die höherenergetischen Flanken der K_{α 1}- und K_{α 2}-Linie vorgenommen. Um diese Flanken anzupassen, wurde die natürliche Linienform mit einer Gaußverteilung der Halbwertsbreite $\Delta E_{\rm FWHM} = 1,8 \,\text{eV}$ gefaltet. Diese stimmt sehr gut mit der aus der Verteilung der Ruhesignale erhaltenen Energieauflösung überein.

Anhand von Abbildung 5.13 erkennt man jedoch, dass eine Anpassung dieser Art das Minimum zwischen der $K_{\alpha 1}$ -Linie und der $K_{\alpha 2}$ -Linie nicht zufriedenstellend beschreibt. Diese Beobachtung passt sehr gut zu dem oben beschriebenen Szenario, in dem bei Ereignissen, bei denen ein Röntgenphoton in der Nähe eines Absorberstammes absorbiert wird, ein gewisser Teil der Energie über athermische Phononen an das Substrat verloren geht, ohne zur Erwärmung des Sensors beizutragen. Die instrumentelle Linienform des Detektors würde sich in diesem Fall aus einer Gaußverteilung entsprechend der Energieverteilung der Ruhesignale aus Abbildung 5.12 und einer niederenergetischen Schulter zusammensetzen. Diese Schulter würde zum einen das Minimum zwischen $K_{\alpha 1}$ und $K_{\alpha 2}$ auffüllen und zum anderen zu einer Exzesszählrate auf der niederenergetischen Seite der $K_{\alpha 2}$ -Linie führen. Die hochenergetische Flanke der $K_{\alpha 1}$ -Linie bliebe von diesem Effekt in Übereinstimmung mit Abbildung 5.13 unberührt.

Die hier vorgestellten Ergebnisse und Folgerungen zeigen, dass der Einfluss der einzelnen Rauschbeiträge zur Energieauflösung des hier diskutierten Detektors sehr gut verstanden ist.

Somit bleibt also die Frage zu klären, auf welche Weise sich die Leistungsfähigkeit des Detektors in einem zukünftigen Experiment verbessern ließe. Ein wichtiger Punkt, der zur Degradierung der Energieauflösung führte, lag in der im Vergleich zu den Erwartungen beobachteten reduzierten Signalhöhe begründet. Diese ließ sich durch eine zusätzlich auftretende, parasitäre Wärmekapazität erklären, deren Einfluss sowohl im spektralen Rauschen des Detektoraufbaus, als auch bei der Analyse der Linearität des Detektors beobachtet wurde. Bislang ist der Ursprung dieser Wärmekapazität nicht vollständig geklärt und es werden weitere Experimente nötig sein, um die Ursache für deren Auftreten zu ergründen. Unter Verwendung eines Bismutabsorbers könnte jedoch der Einfluss dieser parasitären Wärmekapazität teilweise kompensiert werden, da Bismut eine mehr als viermal geringere spezifische Wärme besitzt. Bei sonst gleich bleibenden Detektors ein Wert von $\Delta E_{\rm FWHM} = 1,6 \, {\rm eV}$. Für diese Rechnung wurde sowohl die zusätzliche Wärmekapazität, als auch die Nichtlinearität des Detektors berücksichtigt. Nimmt man zusätzlich eine erhöhte Abklingzeit von etwa 3 ms in Kauf, weil etwa die Aktivität der zu untersuchenden Quelle klein ist, so verbessert sich die erreichbare Energieauflösung auf einen Wert von $\Delta E_{\rm FWHM} = 1,36 \, {\rm eV}$.

6. Zusammenfassung und Ausblick

In der hier vorliegenden Arbeit wird die Entwicklung, Herstellung und Charakterisierung zweier unterschiedlich aufgebauter metallischer magnetischer Kalorimeter für die hochauflösende Röntgenspektroskopie beschrieben. Gemäß des Detektionsprinzips metallischer magnetischer Kalorimeter verursacht ein Energieeintrag in den Detektor eine Änderung der Sensormagnetisierung. Diese Magnetisierungsänderung wird von einem hochauflösenden zweistufigen dc-SQUID-Magnetometer registriert und mit Hilfe einer geeigneten Elektronik bei Zimmertemperatur ausgelesen.

Um die Sensitivität metallischer magnetischer Kalorimeter entscheidend zu erhöhen, wurde im Rahmen dieser Arbeit eine neuartige Detektorgeometrie entwickelt. Entgegen bisher realisierter Geometrien verwendet diese eine spiralförmige Detektionsspule mit supraleitender Abdeckung. Dazwischen befindet sich der paramagnetische Sensor. Unter Berücksichtigung dieser Geometrie wurde für zwei unterschiedliche Detektoren, einen Zwei-Pixel- und einen Ein-Pixel-Detektor, eine Optimierungsrechnung durchgeführt, mit der die optimalen Detektorparameter ermittelt wurden. Dazu zählen der felderzeugende Dauerstrom, die Sensorgeometrie, sowie die Erbium-Konzentration des <u>Au</u>:Er-Sensors. Dabei waren die für beide Detektoren unterschiedlich großen Absorberflächen, sowie die Absorberhöhe von 5 μ m feste Parameter in der Berechnung. Der auf diese Weise optimierte Zwei-Pixel- bzw. Ein-Pixel-Detektor sollte bei einer Arbeitstemperatur von 30 mK unter optimalen Bedingungen eine erreichbare Energieauflösung von 1,92 eV bzw. 0,80 eV besitzen.

Auf Basis der Optimierungsrechnungen wurde zum einen eine Detektorzeile entwickelt, die aus acht unabhängigen, gradiometrisch aufgebauten Zwei-Pixel-Detektoren und somit sechzehn Pixeln besteht, welche zusammen eine effektive Detektionsfläche von 1 mm² aufweisen. Zum anderen wurde ein Ein-Pixel-Detektor mit einer Absorberfläche von 0,014 mm² entwickelt. Beide Detektoren wurden vollständig mit Methoden der Mikrostrukturierung auf einem Silizium-Substrat hergestellt.

Der Ein-Pixel-Detektor wurde bei verschiedenen Temperaturen und Magnetfeldern charakterisiert und das Rauschspektrum des Detektorsignals, sowie dessen Einfluss auf die erreichte Energieauflösung untersucht. Messungen der Pulsform ergaben, dass die Signalanstiegszeit durch den Wärmetransport vom Absorber zum Sensor limitert ist und bei Temperaturen unter 30 mK etwa 1 μ s beträgt. Das Abklingverhalten der Detektorsignale ließ sich mit Hilfe dreier Exponentialfunktionen beschreiben. Es lässt sich vermutlich durch das komplexe Zusammenspiel des Wärmekapazitätssystems der Kernquadrupolmomente von Gold mit dem Wärmekapazitätssystem des Sensors erklären. Statt der erwarteten Energieauflösung von 0,8 eV wurde anhand einer Analyse der vermessenen K_{α} -Linie von ⁵⁵Mn eine Energieauflösung von $\Delta E_{\rm FWHM} = 1,96 \, {\rm eV}$ gefunden. Ein wichtiger Grund für die Diskrepanz dieser beiden Werte war die im Vergleich zu den Erwartungen um etwa 30 % kleinere Signalgröße. Diese Reduktion wurde mit dem Vorhandensein einer zusätzlichen parasitären Wärmekapazität und einer geringfügig reduzierten Flusskopplung zwischen Detektionsspule und SQUID begründet. Sowohl die Analyse des spektralen Rauschens bei Temperaturen unter 50 mK, als auch die Analyse der Linearität bestätigen diese Vermutung. Jedoch konnte keine der hier diskutierten Beobachtungen die Ursache für das Auftreten dieser zusätzlichen Wärmekapazität erklären. Aus früheren Arbeiten zu magnetischen Kalorimetern lässt sich jedoch vermuten, dass der verursachende Mechanismus durch die Kombination der Struktur des gesputterten <u>Au</u>:Er-Sensors, sowie des polykristallinen Goldabsorbers in Verbindung mit den Kernquadrupolmomenten von Gold erklärt werden kann.

Ein weiterer Grund für die abweichende Energieauflösung war das unerwartet hohe Rauschen des Detektorsignals. Diese Beobachtung konnte auf ein erhöhtes Rauschen des verwendeten SQUIDs, sowie auf die Verschiebung des niederfrequenten Plateaus der thermodynamischen Energiefluktuationen zu höheren Frequenzen, hervorgerufen durch die kürzer als ursprünglich geplante Abklingzeit, zurückgeführt werden.

Die erwartete Energieauflösung wurde unter Berücksichtigung sämtlicher experimentell bestimmter Detektorparameter neu berechnet und zeigte eine gute Übereinstimmung mit den beobachteten Ergebnissen. Das bedeutet, dass alle Beiträge zum Rauschen des Detektorsignals, sowie dessen Einfluss auf die erreichbare Energieauflösung gut verstanden werden können. Eine abschließende Diskussion möglicher Weiterentwicklungen und Verbesserungen zeigte, dass durch die Verringerung der zusätzlichen Wärmekapazität bzw. die Verwendung eines Bismutabsorbers, sowie einer Abklingzeit von 3 ms eine Energieauflösung von $\Delta E_{\rm FWHM} \simeq 1.4 \, {\rm eV}$ möglich ist.

Im Rahmen dieser Arbeit konnte gezeigt werden, dass metallische magnetische Kalorimeter hinsichtlich ihrer erreichbaren Energieauflösung, Zeitauflösung und Linearität hervorragende Messinstrumente sind und sich somit ideal für die hochauflösende Röntgenspektroskopie eignen. Setzt man die Kenntnis der thermodynamischen Eigenschaften der <u>Au</u>:Er-Sensoren als bekannt voraus, so lassen sich die Eigenschaften eines Detektors unter Vorgabe der Detektorparameter sehr präzise einstellen. Dazu zählt neben ihrer erreichbaren Energieauflösung z. B. auch die Zählrate des Detektors. Somit lassen sich metallische magnetische Kalorimeter optimal an die Anforderungen konkreter Anwendungen anpassen und mit Methoden moderner Mikrofabrikationstechniken auf reproduzierbare Weise in großem Maßstab herstellen. Mit den Erfolgen auf dem Gebiet des Multiplexing [Mat08] wäre somit ein großer Schritt auf dem Weg zu einer hochauflösenden Röntgenkamera bestehend aus metallischen magnetischen Kalorimetern getan.

Literaturverzeichnis

- [Abr70] A. Abragam und B. Bleaney, Electron Paramagnetic Resonance of Transition Metals, Claredon Press, Oxford, 1970.
- [Ban93] S.R. Bandler et al., Metallic Magnetic Bolometers for Particle Detection, J. Low Temp. Phys., 93(3/4), 709-714, 1993
- [Bow64] S. Bowyer et al., Lunar Occulation of X-ray Emission from Crab Nebula, Science, 146, 912-917, 1964
- [Boy09] S. T. P. Boyd, R. H. Cantor, Microcalorimeter Magnetic Sensor Geometries Using Superconducting Elements, in AIP Conference Proceedings, 1185, 595-598, 2009, ISBN 978-0-8354-0751-0
- [Bur04] A. Burck, Entwicklung großflächiger magnetischer Kalorimeter zur energieaufgelösten Detektion von Röntgenquanten und hochenergetischen Teilchen, Diplomarbeit, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2004.
- [Cla04] J. Clarke (Ed.) und A.I. Braginski (Ed.), The SQUID Handbook: Vol. I Fundamentals and Technology of SQUIDs and SQUID Systems, Wiley-VCH Weinheim, 2004, ISBN 3-527-40229-2.
- [Dav73] D. Davidov, C. Rettori, A. Dixon, K. Baberschke, E.P. Chock und R. Orbach, Crystalline-Field Effects in the Electron-Spin Resonance of Rare Earths in the Noble Metals, Phys. Rev. B, 8(8), 3563-3568, 1973.
- [Dru04] D. Drung und M. Mück, SQUID Electronics, in J. Clarke (Ed.) und A.I. Braginski (Ed.), The SQUID Handbook: Vol. I Fundamentals and Technology of SQUIDs and SQUID Systems, Wiley-VCH Weinheim, 2004, ISBN 3-527-40229-2.
- [Ens00] C. Enss, A. Fleischmann, K. Horst, J. Schönefeld, J. Sollner, J.S. Adams, Y.H. Huang, Y.H. Kim und G.M. Seidel, *Metallic Magnetic Calorimeters* for Particle Detection, J. Low Temp. Phys., **121**(3/4), 137-176, 2000.
- [Ens05] C. Enss und S. Hunklinger, Low-Temperature Physics, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, 2005, ISBN 3-540-23164-1.

- [Fle03] A. Fleischmann, Magnetische Mikrokalorimeter: Hochauflösende Röntgenspektroskopie mit energiedispersiven Detektoren, Dissertation, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2003.
- [Fle05] A. Fleischmann, C. Enss und G. Seidel, Metallic Magnetic Calorimeters, in C.Enss (ed.), Cryogenic Particle Detection, Toppics Appl. Phys., 99, 151-216, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2005, ISBN 3-540-20113-0.
- [Fle09] A. Fleischmann et al., Metallic magnetic calorimeters, AIP Conference Proceedings, 1185, 571-578, 2009.
- [Gör01] T. Görlach, Untersuchung paramagnetischer Legierungen für magnetische Tieftemperatur-Kalorimeter, Diplomarbeit, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2001.
- [Hah92] W. Hahn, M. Loewenhaupt und B. Frick, Crystal field excitations in dilute rare earth noble metal alloys, Physica B, 180&181, 176-178, 1992.
- [Har68] J.T. Harding und J.E. Zimmerman, Quantum Interference Magnetometry and Thermal Noise from a Conducting Environment, Physics Letters, 27A(10), 670-671, 1968.
- [Her00] T. Herrmannsdörfer, R. König und C. Enss, Properties of Er-doped Au at ultralow temperatures, Physica B, 284, 1698 (2000)
- [Höl97] G. Hölzer, M. Fritsch, M. Deutsch, J. Härtwig und E. Förster, $K\alpha_{1,2}$ and $K\beta_{1,3}$ x-ray emission lines of the 3d transition metals, Phys. Rev. A, **56**(6), 4554-4568, 1997.
- [Jos62] B. D. Josephson, Possible new effects in superconductive tunneling, Phys. Lett., 1, 251, 1962
- [Kem07] S. Kempf, Entwicklung eines vollständig mikrostrukturierten metallisch magnetischen Kalorimeters, Diplomarbeit, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2007.
- [Lin07] M. Linck, Entwicklung eines metallisch magnetischen Kalorimeters für die hochauflösende Röntgenspektroskopie, Dissertation, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2007.
- [Mat08] J. A. B. Mates, G. C. Hilton, K. D. Irwin, L. R. Vale Demonstration of a multiplexer of dissipationless superconducting quantum interference devices, Appl. Phys. Lett., 92, 023514, 2008

- [Pab08] A. Pabinger, Entwicklung eines vollständig mikrostrukturierten magnetischen Kalorimeters für die hochauflösende Röntgenspektroskopie, Diplomarbeit, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2008.
- [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.
- [Pob92] F. Pobell, Matter and Methods at Low Temperatures, Springer-Verlag Berlin Heidelberg New York, 1992, ISBN 3-540-53751-1.
- [Ran09] P. Ranitzsch, Low Temperature Calorimeter with Superconducting Particle Absorbers, Diplomarbeit, Kirchhoff-Institut f
 ür Physik, Universit
 ät Heidelberg, 2009.
- [Rot07] H. Rotzinger, Entwicklung magnetischer Mikrokalorimeter für die hochauflösende Spektroskopie des β-Emitters ³⁶Cl, Dissertation, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2007.
- [Sch00] J. Schönefeld, Entwicklung eines mikrostrukturierten magnetischen Tieftemperatur-Kalorimeters zum hochauflösenden Nachweis von einzelnen Röntgenquanten, Dissertation, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2000.
- [Sjö75] M.E. Sjöstrand und G. Seidel, Hyperfine resonance properties of Er^{3+} in Au, Phys. Rev. B, **11**(9), 3292-3297, 1975.
- [Swa89] E.T. Swartz und R.O. Pohl, Thermal boundary resistance, Rev. Mod. Phys., 61(3), 605-668, 1989.
- [Szy93] A. E. Szymkowiak, R. L. Kelley, S. H. Moseley, and C. K. Stahle, Signal processing for microcalorimeters, J. Low Temp. Phys., 93(3/4), 1993.
- [Tes77] C.D. Tesche und J. Clarke, *dc SQUID: Noise and Optimization*, J. Low Temp. Phys., **29**(3/4), 301-331, 1977.
- [Vai04] J.E. Vaillancourt et al., Large area bismuth absorbers for X-ray microcalorimeters, Nucl. Inst. and Meth., 520, 212-215, 2004
- [Wea82] R.C. Weast, CRC Handbook of Chemistry and Physics, CRC Press, Inc., 1981-1982, ISBN 08493-0462-8.
- [Wei96] H. Weinstock SQUID Sensors: Fundamentals, Fabrication and Applications, Kluwer Academic Publishers, Niederlande, 1996.

- [Wil69] G. Williams und L.L. Hirst, Crystal-Field Effects of Solid Solutions of Rare Earths in Noble Metals, Phys. Rev., 185(2), 407-415, 1969.
- [Zin04] B. L. Zink, K. D. Irwin, G. C. Hilton, D. P. Pappas, J. N. Ullom, M. E. Huber, *Lithographically patterned magnetic calorimeter X-ray detectors with integrated SQUID readout*, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A, **520**, in Proceedings of the 10th International Workshop on Low Temperature Detectors, 52-55, 2004, ISSN 0168-9002

Danksagung

Zum Schluss möchte ich mich bei all denen bedanken, die in unterschiedlicher Weise zum erfolgreichen Abschluss dieser Arbeit beigetragen haben. Mein besonderer Dank gilt:

Herrn PROF. CHRISTIAN ENSS für die freundliche Aufnahme in seine Arbeitsgruppe, sowie die durch ihn geschaffene Möglichkeit auf dem spannenden Gebiet der Tieftemperatur-Detektoren arbeiten zu dürfen.

ANDREAS FLEISCHMANN für seine zahllosen Ratschläge und tatkräftige Unterstützung. Ohne seine Ideen wäre die Realisierung der verschiedenen Sandwich-Detektordesigns unmöglich gewesen. Außerdem bin ich ihm für das Korrekturlesen dieser Arbeit zu großem Dank verpflichtet.

LOREDANA GASTALDO für ihre nette Art und ihren stets vorhandenen Optimismus, sei es während der Messphasen, bei der Datenauswertung oder während der Endphase dieser Arbeit. Aus ihrer Begeisterung für die Tieftemperatur-Detektor-Physik habe ich sehr viel Motivation gezogen.

SEBASTIAN KEMPF für seine allumfassende Unterstützung und stets hilfsbereite Art. Er hat das Zustandekommen dieser Arbeit maßgeblich mitgeprägt: Von der ersten Zeile der Simulationsskripte, über die Sandwich-Detektor-Produktion, bis hin zum letzten geschriebenen Wort dieser Arbeit. Vielen Dank für die schöne Zeit.

SÖNKE SCHÄFER für die Einarbeitung in die Physik der Tieftemperatur-Detektoren zum Beginn meiner Diplomarbeit, sowie die zahlreichen technischen Ratschläge. Außerdem möchte ich mich für die schöne gemeinsame Zeit im Büro bedanken.

ALEXANDRA KAMPKÖTTER, die stets ein offenes Ohr für mich hatte und es auch an weniger schönen Tagen schaffte, mir ein Lächeln auf die Lippen zu zaubern.

CHRISTIAN PIES, für seine bemerkenswerte Ruhe und seinen fortwährenden Humor, während meiner gefühlt stündlichen Bürobesuche in der allerletzten Phase dieser Arbeit.

PHILIPP RANITZSCH und DANIEL HENGSTLER, meinen Mitstreitern im Keller-Labor, für den gemeinsamen Betrieb des ADR, sowie die anstregenden Lecksuchaktionen und die schnelle Reperatur der Indium-Dichtung eine Woche vor dem Beginn der Heim-LTD.

Allen restlichen Bolos NADINE FOERSTER, ALEXANDRA KAMPKÖTTER, SARAH VICK, sowie allen Nicht-Bolos MASOOMEH BAZRAFSHAN, GUDRUN FICKENSCHER, ANGELA HALFAR, MARIUS HEMPEL, ANNINA LUCK, GERNOT KASPAR, DANIEL ROTHFUSS und MANFRED VON SCHICKFUSS für die schöne Zeit während der Frühjahrestagung, sowie der Heim-LTD, für die schönen Grillabende, für das wöchentliche Frühstück am Montagmorgen und für die amüsanten Kaffeepausen. Außerdem möchte ich J. P. PORST für einige anregende Gespräche in der Anfangszeit meiner Diplomarbeit danken. Auch ANDREAS PABINGER darf nicht unerwähnt bleiben, mit dem ich während der Heim-LTD einige hochauflösende Spektren aufgezeichnet habe.

THOMAS WOLF für die Waferproduktion, sowie die Einführung in die Reinraumarbeit. Außerdem möchte ich mich an dieser Stelle ausdrücklich bei RUDI EITEL und ANDREAS REISER für die stets zuverlässige Helium-Versorgung bedanken.

Den Mitarbeitern der Elektronik-Abteilung, der feinmechanischen Werkstatt, der EDV-Abteilung, insbesondere ROBERT WEIS und HELMUT WITTNEBEN, sowie der Verwaltung, die in verschiedener Weise zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben.

Der größte Dank gilt meinen Eltern, die mir das Physikstudium ermöglicht und mich immer und uneingeschränkt unterstützt haben. Ohne euch wäre ich niemals so weit gekommen - danke. Ich versichere, dass ich diese Arbeit selbständig verfasst und keine anderen als die angegeben Quellen und Hilfsmittel benutzt habe.

Heidelberg, den

.....

(Sebastian Heuser)