INAUGURAL-DISSERTATION

ZUR

Erlangung der Doktorwürde

DER

NATURWISSENSCHAFTLICH-MATHEMATISCHEN GESAMTFAKULTÄT

DER

Ruprecht-Karls-Universität Heidelberg

vorgelegt von Dipl.-Phys. Christian Pies aus Worms/Rhein

Tag der mündlichen Prüfung: 29. November 2012

maXs-200: Entwicklung und Charakterisierung eines Röntgendetektors basierend auf magnetischen Kalorimetern für die hochauflösende Spektroskopie hochgeladener Ionen

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

Im Rahmen dieser Arbeit wurde ein aus vier magnetischen Kalorimetern bestehender Detektor für den energiedispersive Nachweis einzelner Röntgenphotonen entwickelt. Der hier vorgestellte Detektor stellt den Prototyp einer Komponente des Röntgendetektors maXs dar, welcher zur hochaufgelösten Röntgenspektroskopie an hochgeladenen Ionen im Energiebereich bis 200 keV eingesetzt werden soll. Die magnetischen Kalorimeter besitzen einen 140 µm dicken Röntgenabsorber aus Gold mit einer aktiven Fläche von 1 mm², der in gutem thermischen Kontakt zu einem paramagnetischen Temperatursensor steht. Dieser besteht aus einer Gold-Erbium-Legierung und befindet sich in einem schwachen Magnetfeld. Infolge der Absorption eines Röntgenphotons ändert sich die Temperatur des Kalorimeters und damit die Magnetisierung des Paramagneten proportional zur deponierten Energie. Diese Anderung wird mit einer mäanderförmigen Aufnahmespule detektiert und mithilfe eines SQUID-Magnetometers verstärkt. Basierend auf numerischen Simulationen wurde die Geometrie des vorgestellten magnetischen Kalorimeters optimiert, um eine möglichst hohe Energieauflösung zu gewährleisten. Die Herstellung des Detektors erfolgte als achtlagige Schichtstruktur mithilfe von Mikrostrukturierungsprozessen. Der Detektor wurde hinsichtlich seiner thermodynamischen Eigenschaften untersucht und zeigt eine gute Übereinstimmung mit den theoretisch zu erwartenden Werten. Die Energieauflösung des Detektors wurde zu $\Delta E_{\rm FWHM} = 41 \, {\rm eV}$ bei einer Photonenergie von 5,9 keV und zu $\Delta E_{\text{FWHM}} = 62 \text{ eV}$ bei 59,5 keV bestimmt.

maXs-200: Development and characterization of an x-ray detector based on magnetic calorimeters for high-resolution spectroscopy of highly charged ions

This thesis describes the development of an energy dispersive detector for single X-ray photons based on four magnetic calorimeters. The presented detector represents a prototype component of the X-ray detector maXs which will be utilized for high-resolution X-ray spectroscopy of highly charged ions in the energy range up to 200 keV. The magnetic calorimeters consist of a 140 µm thick X-ray absorber made of gold with an active area of $1 \,\mathrm{mm}^2$. It is in good thermal contact to a paramagnetic temperature sensor composed of a gold erbium alloy located in a weak magnetic field. Upon the absorption of an X-ray photon the temperature of the detector and thus the magnetization of the paramagnet changes proportional to the deposited energy. This change is detected with a meander-shaped pickup coil and amplified with a SQUID magnetometer. Based on numerical simulations, the geometry of the presented magnetic calorimeter was optimized in terms of energy resolution. The device was produced in an eight-layer structure using microfabrication techniques. The thermodynamical properties of the detector were analyzed and showed good agreement with the expected theoretical values. The energy resolution was determined to $\Delta E_{\rm FWHM} = 41 \, {\rm eV}$ at an X-ray energy of 5.9 keV and $\Delta E_{\rm FWHM} = 62 \, {\rm eV}$ at $59.5 \,\mathrm{keV}$.

Inhaltsverzeichnis

1	Einle	eitung	1
2	Moti	vation	5
2	2.1 Sp	ektroskopie hochgeladener Ionen	5
2	2.2 En	ergieaufgelöste Detektion von Röntgenquanten	6
	2.2.1	Halbleiterdetektoren	7
	2.2.2	Kristallspektrometer	8
	2.2.3	Tieftemperaturkalorimeter	8
9	Cmur	dlagon magnetischen Kalenimeten	19
ა	Grui	idlagen magnetischer Kalorimeter	19
3	8.1 Pa	ramagnetischer Temperatursensor	14
	3.1.1	Einzelnes Erbium-Ion in einem Gold-Kristall	15
	3.1.2	Wärmekapazität und Magnetisierung des Zeeman-Systems	16
	3.1.3	Weitere Beiträge zur spezifischen Wärme von <u>Au</u> :Er \ldots .	18
3	8.2 Rö	ntgenabsorber	19
	3.2.1	Eigenschaften von Gold als Material für den Röntgenabsorber	20
3	8.3 De	etektionsspule	22
	3.3.1	Erzeugung des Magnetfelds durch die Detektionsspule	23
3	8.4 De	etektorsignal nach Absorption eines Photons	24
	3.4.1	Signalgröße im SQUID-Magnetometer	25
	3.4.2	Zeitlicher Verlauf des Detektorsignals	27

4	${ m Entwicklung}\ { m eines}\ { m magnetischen}\ { m Kalorimeters}\ { m mit}\ { m optimierter}\ { m Geo}$	0-
]	netrie	31
4.1	Optimierung der Geometrie und der Betriebsparameter	. 31
4	1.1 Rauschquellen in magnetischen Kalorimetern	. 31
4	1.2 Zu erwartende Energieauflösung	. 34
4	1.3 Optimale Detektorgeometrie und Betriebsparameter	. 36
4.2	Entwurf des entwickelten magnetischen Kalorimeters	. 38
4.3	Herstellung der Detektoren	. 41
5]	A agnetometer	47
5.1	dc-SQUID-Magnetometer	. 47
5.2	Linearisierung des SQUID-Signals	. 49
5.3	Rauschen eines dc-SQUIDs	. 50
5.4	Zweistufiger SQUID-Aufbau	. 51
5.5	Rauschen eines zweistufigen SQUID-Aufbaus mit FLL-Elektronik	. 52
5.6	Eigenschaften der verwendeten SQUID-Magnetometer \hdots	. 52
6]	Experimentelle Anordnung und Methoden	55
6.1	Verdünnungskryostat	. 55
6.2	Chipträger und elektromagnetische Abschirmung	. 58
6.3	Röntgenquellen	. 59
6	3.1 ⁵⁵ Fe-Quelle	. 59
6	$3.2 {}^{241}Am-Quelle \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots $. 60
6.4	Präparation des magnetfelderzeugenden Dauerstroms	. 61
6.5	Datenaufnahme	. 63
6.6	Digitale Datenanalyse der Absorptionssignale	. 64

	11.
xperimentelle Ergebnisse	65
Induktivität der Detektionsspulen	65
Temperaturabhängigkeit der Magnetisierung des <u>Au</u> : Er-Sensors	67
Rauschen des Detektors	68
Signalform	7(
.1 Thermalisierung des Detektors	7
.2 Signalgröße	7
.3 Signalanstieg	7
Übersprechen zwischen benachbarten Kalorimetern	73
Energieauflösung	8
Linearität	8
Spektrum der 241 Am-Quelle	8
.1 Beobachtete Linien im Gesamtspektrum	8
.2 Parameter der Spektrallinien	9
	Induktivität der Detektionsspulen

Inhaltsverzeichnis

1. Einleitung

Bereits in der Mitte des neunzehnten Jahrhunderts erkannten Kirchhoff und Bunsen, dass die Emissionsspektren der Elemente jeweils nur aus diskreten Linien bestehen. Es gelang ihnen sogar, neu entdeckte Spektrallinien bisher unbekannten Elementen zuzuordnen. Die vor über hundert Jahren erstmals beobachteten Linien des Wasserstoff-Atoms ließen sich zunächst durch das Bohrsche Atommodell und später durch eine quantenmechanische Herleitung zufriedenstellend beschreiben. Demnach entsprechen die Spektrallinien Übergängen des Elektrons zwischen verschiedenen diskreten Zuständen, deren Bindungsenergien invers proportional zum Quadrat einer natürlichen Zahl n, der sogenannten Hauptquantenzahl, skalieren.

Eine genauere Betrachtung der Spektren zeigte jedoch, dass einige der Linien eine Substruktur besitzen. Die Dirac-Theorie konnte dies durch Einführung eines quantisierten Eigendrehimpulses des Elektrons oder Spins $S = \sqrt{s(s+1)}\hbar$ mit s = 1/2 und dem Planckschen Wirkungsquant $\hbar = h/(2\pi) = 1,054 \cdot 10^{-34}$ Js erklären. Demnach führt die Kopplung dieses Spins mit dem ebenfalls quantisierten Bahndrehimpuls $L = \sqrt{l(l+1)}\hbar (l = 0, 1, ..., n-1)$ zu einem Gesamtdrehimpuls J, dessen Quantenzahl j die Werte $|l \pm s|$ annehmen kann. Je nach Gesamtdrehimpuls besitzt das Elektron ein anderes magnetisches Moment und damit eine andere Bindungsenergie an den Atomkern.

Lamb und Retherford [Lam47] entdeckten schließlich, dass auch die Dirac-Theorie die Spektren der Atome nicht vollständig korrekt zu beschreiben vermag. Sie beobachteten, dass der $2s_{1/2}$ - und der $2p_{1/2}$ -Zustand in Wasserstoff eine Energiedifferenz aufweisen, obwohl diese beiden Zustände die gleiche Hauptquantenzahl n = 2 und den gleichen Gesamtdrehimpuls j = 1/2 besitzen und dementsprechend laut Dirac-Theorie entartet sein müssten.

Diese sogenannte Lamb-Verschiebung kann zu einem gewissen Anteil dadurch erklärt werden, dass der Atomkern im Gegensatz zur Annahme der Dirac-Theorie eine endliche Größe besitzt. Allerdings ist die dadurch entstehende Korrektur der Energieniveaus sehr geringfügig. Eine vollständige Erklärung lieferte schließlich die Theorie der Quantenelektrodynamik.

Heute zählt die Quantenelektrodynamik zu den am besten überprüften Theorien der gesamten Physik. Zum Beispiel ist die Energie des 1s - 2s-Übergangs des Wasserstoff-Atoms mittlerweile mit einer relativen Genauigkeit von $4,2 \cdot 10^{-15}$ bestimmt worden [Par11] und zeigt keine Abweichung zu dem vorhergesagten Wert. Es ist jedoch denkbar, dass in Anwesenheit starker elektrischer und magnetischer Felder neue Effekte auftreten, die über die Theorie der Quantenelektrodynamik hinausgehen.

Zur Untersuchung dieser Grenzregion der Quantenelektrodynamik stellen die schwersten Elemente interessante Modellsysteme dar. Am Ort der innersten Elektronen herrschen aufgrund der hohen Kernladung elektrische und magnetische Feldstärken von bis zu 10^{16} V/cm beziehungsweise 10^5 T [Sof98, Bei00], die die in den leichten Elementen auftretenden Felder um sechs bis sieben Größenordnungen übersteigen.

Allerdings ist in schweren Atomen aufgrund der großen Anzahl wechselwirkender Elektronen eine detaillierte theoretische Berechnung der Energieniveaus und damit der direkte Vergleich mit Messungen praktisch unmöglich. Ionisiert man diese Atome jedoch so stark, dass sie nur noch wenige Elektronen enthalten, vereinfacht sich die theoretische Beschreibung signifikant. Von besonderem Interesse sind hierbei schwere Ionen, die nur noch ein bis drei Elektronen besitzen. Man spricht hierbei in Analogie zu den neutralen Atomen mit gleicher Elektronenzahl von wasserstoff-, helium- beziehungsweise lithiumartigen Ionen.

Die Bindungsenergie der Elektronen steigt proportional zum Quadrat der Kernladungszahl Z, während die quantenelektrodynamischen Korrekturen eine Z⁴-Abhängigkeit aufweisen [Joh85]. Somit besitzen aus experimenteller Sicht hochgeladene Ionen den Vorteil, dass die relative Verschiebung der Energieniveaus wesentlich stärker ausfällt und daher genauer beobachten werden kann als in dem jeweiligen leichten Atom. Zum Beispiel beträgt die Verschiebung des 1*s*-Grundzustands gegenüber der Dirac-Theorie in wasserstoffähnlichem Uran, U⁹¹⁺ etwa 460 eV und damit etwa 0,35 % der Bindungsenergie von 132 keV [Yer01, Yer03, Gum05], während im Wasserstoff-Atom nur eine relative Verschiebung von $3,3 \cdot 10^{-5} \text{ eV}/13,59 \text{ eV} \approx$ $2,4 \cdot 10^{-6}$ auftritt [Ude97].

Im Rahmen der experimentellen Genauigkeit konnte bisher keine Abweichung der Bindungsenergien hochgeladener Ionen zu den quantenelektrodynamischen Berechnungen beobachtet werden. Jedoch ist es nötig, die Präzision der Experimente zu verbessern, um sensitiv auf quantenelektrodynamische Korrekturen zweiter und höherer Ordnung zu werden.

Daher wurde in dieser Arbeit ein auf magnetischen Kalorimetern basierender Röntgendetektor entwickelt, der zukünftig zur Spektroskopie hochgeladener Ionen an der GSI¹ eingesetzt werden soll. Magnetische Kalorimeter stellen ein in der Röntgenspektroskopie vergleichsweise neues Konzept zur Energiebestimmung von Röntgenphotonen dar. Im Vergleich zu den konventionellen Methoden in Form von Halbleiterdetektoren und Kristallspektrometern ergibt sich der Vorteil, dass deren

¹GSI Helmholtzzentrum für Schwerionenforschung, Planckstraße 1, 64291 Darmstadt.

jeweiligen Stärken in einem Detektor vereint werden.

In Kapitel 2 dieser Arbeit wird ein Überblick über die Einrichtungen der GSI, die zur Spektroskopie hochgeladener Ionen verwendet werden, gegeben. Um den Einsatz neuer Detektionskonzepte weiter zu motivieren, erfolgt eine Beschreibung und der Vergleich konventioneller Röntgendetektoren mit magnetischen Kalorimetern und anderen Varianten sogenannter Tieftemperaturkalorimeter.

Die physikalischen Grundlagen magnetischer Kalorimeter werden in Kapitel 3 behandelt. Hierbei wird zunächst die Signalkette dargestellt, über die die Energie des detektierten Photons in eine makroskopische Antwort des Detektors überführt wird. Anschließend werden die einzelnen Komponenten des Kalorimeters näher untersucht. Besonderes Augenmerk liegt hierbei auf den thermodynamischen Eigenschaften des paramagnetischen Temperatursensors.

Es folgt in Kapitel 4 eine Diskussion der dominanten Rauschquellen in einem magnetischen Kalorimeter und wie diese die Energieauflösung des Detektors limitieren. Die unterschiedlichen Rauschbeiträge sind gut verstanden und können als Funktion der Geometrie und der Betriebsparameter quantifiziert werden. Unter dieser Voraussetzung konnte die optimale Geometrie des im Rahmen dieser Arbeit entwickelten magnetischen Kalorimeters bestimmt werden. Der Entwurf des darauf basierenden Detektors sowie die zu dessen Herstellung verwendeten Mikrofabrikationsprozesse werden im Anschluss vorgestellt.

Neben den eigentlichen magnetischen Kalorimetern benötigt man zu deren Auslesung sogenannte SQUID-Magnetometer. Deren Grundlagen sowie die Eigenschaften der zur Charakterisierung des entwickelten Kalorimeters verwendeten SQUIDs werden in Kapitel 5 behandelt.

Kapitel 6 widmet sich dem experimentellen Aufbau, mit dem der im Rahmen dieser Arbeit entwickelte Detektorprototyp charakterisiert wurde. Zunächst erfolgt eine Beschreibung des verwendeten Verdünnungskryostaten, mit dem das magnetische Kalorimeter auf seine Arbeitstemperatur von 15 mK bis 100 mK abgekühlt wurde. Zur Kalibration des Detektors dienen aus den radioaktiven Isotopen ⁵⁵Fe und ²⁴¹Am bestehende Röntgenquellen, deren Eigenschaften anschließend vorgestellt werden. Es folgt eine Erläuterung der verwendeten experimentellen Techniken, die unter anderem die Datenaufnahme und die Datenanalyse beinhaltet.

Im Anschluss erfolgt in Kapitel 7 eine Darstellung und Diskussion der Charakterisierung des Kalorimeters. Dies beinhaltet sowohl die Untersuchung der Temperaturabhängigkeit des paramagnetischen Sensors, des Detektorrauschens sowie der Signalform, die nach Absorption eines Photons zu beobachten ist. Für die spätere Anwendung des Kalorimeters als Röntgenspektrometer ist natürlich die Energieauflösung eine der wichtigsten Kenngrößen. Diese wird ebenfalls in diesem Kapitel untersucht und diskutiert. Außerdem findet eine detaillierte Analyse des aufgezeichneten Spektrums der 241 Am-Quelle statt.

In Kapitel 8 soll der zukünftige Weg des entwickelten magnetischen Kalorimeters vom Prototyp bis zum Einsatz bei den Einrichtungen der GSI skizziert werden. Neben Modifikationen im Detektorentwurf beinhaltet dies die Kombination mit weiteren magnetischen Kalorimetern, die für den niedrigeren Energiebereich bis 20 keV optimiert sind.

2. Motivation

In diesem Kapitel soll ein Überblick über die Spektroskopie an hochgeladenen Ionen gegeben werden. Obwohl auch andernorts ähnliche Experimente durchgeführt werden, beschränkt sich die Darstellung hier auf die Aktivitäten an den Beschleunigeranlagen der GSI, da der im Rahmen dieser Arbeit entwickelte Röntgendetektor für den Einsatz bei ebendiesen Experimenten vorgesehen ist.

Außerdem werden etablierte sowie neue Konzepte zur Energiebestimmung von Röntgenphotonen vorgestellt und miteinander verglichen.

2.1 Spektroskopie hochgeladener Ionen

Da die Bindungsenergie der innersten Elektronen in schweren Atomen im Bereich von 100 keV liegt, werden zur Erzeugung hochgeladener Ionen dementsprechend hohe Energien benötigt. An den Beschleunigeranlagen der GSI wird dies dadurch realisiert, dass schwere Ionen mit kleinem Ladungszustand in einem Beschleuniger auf relativistische Geschwindigkeiten von bis zu 0.7 c gebracht werden und anschließend durch eine Folie gesandt werden, wodurch den einzelnen Ionen die meisten oder sogar alle übrigen Elektronen entrissen werden. Anschließend werden die Ionen über ein Magnetfeld nach Ladungszustand separiert, als Bündel von bis zu 10^8 Ionen in den Experimentierspeicherring ESR injiziert und auf etwa 0.3 c abgebremst [Gum05]. Ein in den Speicherring integrierter Elektronkühler mit einer Elektronendichte von etwa $10^7 \,\mathrm{cm}^{-3}$ dient dazu, die Impulsverteilung der Ionen zu reduzieren und damit ein Auseinanderdriften des Ionenbündels zu vermeiden [Ste04].

Um nun Spektroskopie an einer bestimmten Spezies von hochgeladenen Ionen durchführen zu können, werden zunächst Ionen des jeweiligen Elements erzeugt, die ein Elektron weniger besitzen als gewünscht. Der Elektronkühler des ESR dient nun als Reaktionspunkt, an dem die Ionen ein freies Elektron einfangen und somit in den gewünschten Ladungszustand übergehen. Das eingefangene Elektron durchläuft anschließend eine Kaskade von Übergängen innerhalb der Elektronenschalen oder vollführt direkt einen Übergang in das niedrigste unbesetzte Niveau. Die Energiedifferenz der Niveaus wird hierbei in Form von Photonen emittiert, welche mithilfe eines energie- oder wellenlängendispersiven Detektors nachgewiesen werden. Aufgrund des veränderten Ladungszustands verlässt das betrachtete Ion im nächsten Umlenkmagneten des Speicherrings die Trajektorie des übrigen Ionenbündels und trifft stattdessen auf einen Vieldraht-Proportional-Zähler. Durch Koinzidenzen zwischen detektierten Photonen und im Proportional-Zähler nachgewiesenen umgeladenen Ionen können nun solche als strahlende Rekombination (RR¹) bezeichnete Prozesse identifiziert werden.

Neben dem Elektronkühler steht ein sogenanntes Gastarget, ein auf einen Durchmesser von etwa 5 mm fokussierter Gasstrahl mit einer Teilchenzahldichte im Bereich von 10^{12} cm⁻³ [Rei97], als alternativer Reaktionspunkt für einen ähnlichen Umladungsprozess der hochgeladenen Ionen zur Verfügung, wobei in diesem Falle die eingefangenen Elektronen aus der Elektronenhülle der Gasatome stammen. In diesem Falle bezeichnet man den Prozess als strahlender Elektroneinfang (REC²).

Die bei RR- und REC-Prozessen von den hochgeladenen Ionen emittierten Photonen besitzen typischerweise Energien von einigen bis einigen hundert Kiloelektronvolt und liegen damit im Röntgenbereich des elektromagnetischen Spektrums. Zur Detektion und Energiebestimmung dieser Photonen kamen in bisherigen Experimenten meist Germanium-Halbleiterdetektoren [Bey95, Gum05, Spi08] zum Einsatz.

Seit einiger Zeit wird der experimentelle Aufbau bereits um das Kristallspektrometer FOCAL³ ergänzt [Bey04, Cha06]. Dieses besteht aus einem 1,5 mm dicken Silizium-Kristall, an dessen (220)-Gitterebenen die Röntgenphotonen gestreut werden. Durch eine zylindrische Biegung des Kristalls mit einem Radius von 2 m wird die Detektionseffizienz erhöht, allerdings auf Kosten der Energieauflösung. Zum Nachweis der gestreuten Photonen dienen unter anderem ortsauflösende, aus Germanium bestehende Mikrostreifen-Halbleiterdetektoren [Pro01, Pro05].

In naher Zukunft sollen die verfügbaren Spektrometer um den auf magnetischen Kalorimetern basierenden Röntgendetektor maXs⁴ erweitert werden, da dieser eine wesentlich bessere Energieauflösung als typische Halbleiterdetektoren und eine höhere Energiebandbreite als Kristallspektrometer aufweist.

Die vorliegende Arbeit widmet sich der Entwicklung und Charakterisierung eines Prototyps der Komponente maXs-200 dieses Detektors, mit dem der Energiebereich bis 200 keV abgedeckt werden soll.

2.2 Energieaufgelöste Detektion von Röntgenquanten

Halbleiterdetektoren und Kristallspektrometer stellen etablierte Methoden dar, um Röntgenphotonen nachzuweisen und deren Energie zu bestimmen. Im Folgenden wird die Funktionsweise und Eigenschaften dieser Detektoren diskutiert. Als alter-

 $^{^1\}mathrm{Englisches}$ Akronym für Radiative Recombination.

²Englisches Akronym für Radiative Electron Capture.

³Englisches Akronym für FOcussing Compensated Asymmetric Laue geometry.

 $^{^4}$ Englisches Akronym für microcalorimeter array for high-resolution X-ray spectroscopy.

native Detektionskonzepte werden mehrere Varianten von Tieftemperaturkalorimetern vorgestellt, die im Feld der Röntgenspektroskopie immer mehr an Bedeutung gewinnen.

2.2.1 Halbleiterdetektoren

Bei einem Halbleiterdetektor handelt es sich im Wesentlichen um eine Diode, die aus einem n- und einem p-dotierten Halbleiter zusammengesetzt ist. Heutzutage wird häufig hochreines Germanium (HPGe) oder lithium-gedriftetes Silizium (Si(Li)) als Basismaterial verwendet. An der Grenzfläche der unterschiedlich dotierten Bereiche bildet sich eine ladungsträgerfreie Zone, deren räumliche Ausdehnung durch Anlegen einer elektrischen Spannung in Sperrrichtung der Diode vergrößert werden kann. Ein Röntgenphoton, das im Material der Diode absorbiert wird, gibt seine Energie an Elektronen des Valenzbandes ab, wodurch diese in das Leitungsband angehoben werden und positiv geladene Löcher im Valenzband hinterlassen. Geschieht dieser Prozess innerhalb des n- oder p-dotierten Bereichs, so kommt es aufgrund der hohen Elektronen- beziehungsweise Lochdichte sehr schnell zu einer Rekombination. In der ladungsträgerfreien Zone existieren jedoch nur die soeben erzeugten Leitungselektronen und die zugehörigen Löcher, die aufgrund der angelegten Spannung voneinander getrennt werden und somit nicht wieder miteinander rekombinieren können. Elektronen und Löcher werden in die jeweilige Raumladungszone befördert und stellen folglich einen elektrischen Strom durch die Diode dar.

Die Bandlücke $E_{\rm b}$ zwischen Valenz- und Leitungsband beträgt typischerweise wenige Elektronvolt und ist somit um mehrere Größenordnungen kleiner als die Energie E des Röntgenquants. Die mittlere zur Erzeugung eines Elektron-Loch-Paares benötigte Energie ε liegt jedoch etwas höher als die Bandlücke, da ein gewisser Anteil der deponierten Energie die Erzeugung von Gitterschwingungen im Detektor bewirkt. Somit schwankt die Zahl der erzeugten Elektron-Loch-Paare entsprechend der Poisson-Statistik von Ereignis zu Ereignis um den Mittelwert $N = E/\varepsilon$. Misst man nun die gesamte durch die Diode transportierte Ladung, lässt sich jedem Ereignis eine Energie zuordnen, die eine mittlere Abweichung proportional zu $\varepsilon\sqrt{NF} = \sqrt{\varepsilon EF}$ um den tatsächlichen Wert E aufweist. Diese Schwankung stellt somit die intrinsische Energieauflösung des Detektors dar. Bei F handelt es sich um den sogenannten Fano-Faktor [Fan47], in den die mittleren Anregungsenergien der Gitterschwingungen und Elektron-Loch-Paare sowie die Bandlücke eingehen. Für auf Silizium basierende Halbleiterdetektoren beträgt $F \approx 0,1$ [Alk67, Roo65], sodass eine Energieauflösung von etwa 116 eV für Röntgenstrahlung mit einer Energie⁵

⁵Die Energieauflösung von Röntgendetektoren wird meist bezüglich der K_{α}-Linie von ⁵⁵Mn angegeben, da diese der dominanten Linie häufig im Labor verwendeter ⁵⁵Fe-Kalibrationsquellen entspricht (siehe Abschnitt 6.3.1).

von 5,9 keV erreicht werden kann [Kno10].

2.2.2 Kristallspektrometer

Die Funktionsweise eines Kristallspektrometers lässt sich am besten erklären, wenn man die nachzuweisende Röntgenstrahlung nicht als Photon mit Energie E sondern als elektromagnetische Welle mit Wellenlänge $\lambda = \hbar c/E$ betrachtet. Trifft die Welle auf einen Einkristall, dessen Gitterebenen einen Abstand d zueinander besitzen, so wird diese an den Elektronenhüllen der einzelnen Gitteratome gestreut. Aufgrund der regelmäßigen Kristallstruktur interferieren die gestreuten Anteile der Welle meist destruktiv. Nur falls der Winkel ϑ zwischen der Einfallsrichtung der Welle und den Gitterebenen die Bragg-Bedingung $n\lambda = 2d \sin \vartheta$ ($n \in \mathbb{N}$) erfüllt, tritt konstruktive Interferenz auf. Dadurch entsteht der Eindruck, dass die einfallende Welle (beziehungsweise das Photon) von dem Kristall reflektiert wird. Mithilfe eines positionsempfindlichen Photondetektors (PSD⁶), meist eine CCD-Kamera, kann die reflektierte Strahlung nachgewiesen und aus dem Reflexionswinkel auf deren Wellenlänge beziehungsweise Energie rückgeschlossen werden.

Der Energiebereich, der durch das Kristallspektrometer abgedeckt wird, ist durch die endliche Größe des Kristalls und des PSD typischerweise auf einige Elektronvolt begrenzt. Durch Drehung des Kristalls relativ zur Röntgenquelle lässt sich der sensitive Bereich zwar verschieben, aber nicht vergrößern. Die Verwendung gekrümmter Kristalle vergrößert hingegen das Energiefenster, jedoch kommt es in diesem Falle zu Abbildungsfehlern auf dem PSD, welche eine eindeutige Zuordnung der Energie erschweren.

Da die Bragg-Bedingung bei festem Einfallswinkel ϑ nur für diskrete Wellenlängen erfüllt ist, besitzen Kristallspektrometer eine sehr hohe Energieauflösung. Allerdings handelt es sich im Vergleich zu anderen Röntgendetektoren meist um sehr große Systeme, da der Abstand zwischen Röntgenquelle und Kristall zur Verbesserung der Winkelgenauigkeit oft mehrere Meter beträgt. Dadurch werden typischerweise Energie- beziehungsweise Wellenlängenauflösungen im Bereich $\Delta E/E = \Delta \lambda/\lambda =$ $10^{-3} - 10^{-5}$ erzielt [Zsc07].

2.2.3 Tieftemperaturkalorimeter

Wird ein Röntgenphoton mit Energie E in einem Festkörper mit Wärmekapazität C absorbiert, so erhöht sich dessen Temperatur um

$$\delta T \cong \frac{E}{C} \quad . \tag{2.1}$$

 $^{^6\}mathrm{Englisches}$ Akronym für Position Sensitive Device.

In Kombination mit einem empfindlichen Thermometer lässt sich somit ein Kalorimeter zur Energiebestimmung von Röntgenquanten konstruieren. Allerdings beträgt die Energie eines einzelnen Röntgenphotons nur 10^3 bis 10^7 eV, sodass Systeme mit sehr geringer Wärmekapazität benötigt werden, um einen messbaren Temperaturanstieg zu erzeugen. Dies lässt sich zum einen durch möglichst kleine Geometrien, man spricht daher häufig von Mikrokalorimetern, und zum anderen durch Betrieb des Kalorimeters bei tiefen Temperaturen erreichen [Sim35]. Bei Temperaturen unterhalb von 1 K skaliert der Beitrag der Leitungselektronen zur spezifischen Wärme eines Metalls proportional zur Temperatur T, während sich der Beitrag der Phononen sogar proportional zu T^3 verhält. Besitzt der Detektor eine Wärmekapazität im Bereich 10^{-12} J/K bis 10^{-9} J/K, so bewirkt die Absorption eines Photons mit 10 keV eine Temperaturenhöhung in der Größenordnung von Mikrokelvin bis Millikelvin.

Die verschiedenen Typen solcher sogenannter Tieftemperaturkalorimetern besitzen alle einen geeigneten Röntgenabsorber und unterscheiden sich im Wesentlichen durch das verwendete Thermometer, mit dem die Temperaturerhöhung des Absorbers registriert wird. Im Prinzip lässt sich jede physikalische Größe, die bei der gewählten Arbeitstemperatur eine starke Temperaturabhängigkeit aufweist, als Thermometer verwenden, in der Praxis beschränkt sich die Wahl aktuell jedoch auf den elektrischen Widerstand verschiedener Materialklassen, die Magnetisierung von Paramagneten oder die Verdrängung des magnetischen Flusses von Supraleitern.

Tieftemperaturkalorimeter besitzen gegenüber Halbleiterdetektoren und Kristallspektrometern den Vorteil, dass sie deren jeweilige Stärken in einem Detektor vereinen. Die erreichbaren Energieauflösungen sind vergleichbar mit denen von Kristallspektrometern, gleichzeitig sind Tieftemperaturkalorimeter auf einen großen Energiebereich des Röntgenspektrums empfindlich, welcher nur durch die Größe und Absorptionslänge des verwendeten Absorbers limitiert ist.

Im Folgenden sollen einige Varianten von Tieftemperaturkalorimetern vorgestellt werden, die aktuell entwickelt und eingesetzt werden.

Halbleiterthermistoren

In sogenannten Thermistoren, die ursprünglich als Bolometer, also zur Bestimmung der mittleren Leistung eines konstanten Stroms von nicht einzeln aufgelösten niederenergetischen Photonen, entwickelt wurden [Low61], dient der elektrische Widerstand eines Halbleiters zur Bestimmung der Temperaturerhöhung nach einem Energieeintrag.

Ein reiner Halbleiter wie Silizium oder Germanium wird bereits bei vergleichsweise hohen Temperaturen zu einem Isolator, da die thermische Energie nicht mehr

ausreicht, um Elektron-Loch-Paare zu erzeugen. Dotiert man das Material jedoch mit Fremdatomen wie Gallium, so kann der Temperaturbereich, in dem die elektrische Leitfähigkeit von Null verschieden ist, bis zu Temperaturen unterhalb von 1 K vergrößert werden. In diesem Regime lässt sich die Temperaturabhängigkeit der elektrischen Leitfähigkeit durch den folgenden, als Variable Range Hopping bezeichneten Effekt erklären. Die Fremdatome stellen für die Elektronen im Material Potentialmulden unterschiedlicher Energie dar, von denen nur wenige besetzt sind. Ein Stromfluss findet nun statt, indem ein Phonon seine Energie an ein Elektron überträgt und dies in eine benachbarte und energetisch höher gelegene Potentialmulde befördert, wobei die Energiebarriere und die räumliche Distanz durch Tunneln überbrückt wird. Bei sinkender Temperatur reicht die Energie des Phonons nicht mehr aus, um die Energiedifferenz benachbarter Potentialmulden zu kompensieren, so dass das Elektron nur zu weiter entfernten Positionen mit geringerem Energieunterschied tunneln kann. Die Tunnelwahrscheinlichkeit nimmt jedoch mit zunehmender Distanz ab, wodurch sich durch diesen Ladungstransport der elektrische Widerstand des dotierten Halbleiters proportional zu $e^{\sqrt{T_0/T}}$ verhält [Shk84, McC05].

Die beste mit einem auf Halbleiterthermistor erreichte Energieauflösung bei einer Photonenergie von 5,9 keV beträgt aktuell $\Delta E_{\rm FWHM} = 3,2 \, {\rm eV}$ [McC05].

Phasenübergangssensoren

Neben den Thermistoren existiert mit den Phasenübergangssensoren (TES⁷) eine zweite Klasse von resistiven Thermometern für Tieftemperaturkalorimeter. Es handelt sich hierbei um elektrisch leitende Materialien, die sich im Übergang zwischen normal- und supraleitendem Zustand befinden. Hierbei kommen sowohl einfache Metalle als auch Legierungen und insbesondere Schichtstrukturen aus normal- und supraleitenden Metallen zum Einsatz. Letztere besitzen den großen Vorteil, dass sich deren Übergangstemperatur aufgrund des Proximity-Effekts durch die Wahl der Schichtdicken auf nahezu beliebige Werte justieren lässt [Mar00, Bra02].

Im Bereich des Ubergangs zum Supraleiter weist der elektrische Widerstand eine sehr steile Temperaturabhängigkeit $(d \log R) / (d \log T) \approx 10 - 100$ auf und ist damit um bis zu zwei Größenordnungen empfindlicher auf Temperaturänderungen als ein Halbleiterthermistor [Irw05].

Oftmals werden Phasenübergangssensoren mit einer konstanten Spannung U betrieben und der elektrische Strom gemessen, um aus deren Verhältnis den Widerstandswert zu bestimmen. Dies hat zur Folge, dass bei einem Temperaturanstieg die im Sensor dissipierte Leistung $P = U^2/R$ abnimmt, da der Widerstand R ansteigt.

⁷Englisches Akronym für **T**ransition **E**dge **S**ensor.

Diese sogenannte negative elektrothermische Rückkopplung hat zum einen den Vorteil, dass der Detektor sich eigenständig auf einen Arbeitspunkt im Normalleiter-Supraleiter-Übergang stabilisiert, bei dem die dissipierte Wärmemenge gerade der zum Wärmebad abfließenden entspricht. Zum anderen führt dieser Effekt dazu, dass das Abklingen des durch Absorption eines Röntgenphotons erzeugten Signals um bis zu zwei Größenordnungen beschleunigt wird und dadurch höhere Zählraten erlaubt werden.

Mit einem Phasenübergangssensor, der aus einer Zweilagenstruktur aus Molybdän und Gold bestand, konnte mit $\Delta E_{\rm FWHM} = 1,58 \, {\rm eV}$ die aktuell beste Energieauflösung eines Tieftemperaturkalorimeters für weiche Röntgenstrahlung erzielt werden [Smi12].

Magnetische Kalorimeter

Der im Rahmen dieser Arbeit entwickelte Röntgendetektor zählt zu den sogenannten magnetischen Kalorimetern. Als Thermometer fungiert hierbei die Magnetisierung eines Paramagneten, die in Anwesenheit eines magnetischen Feldes eine Temperaturabhängigkeit proportional zu $\tanh(T_0/T)$ aufweist. Für eine ausführliche Beschreibung sei auf die folgenden Kapitel verwiesen.

Die zum jetzigen Zeitpunkt beste Energieauflösung eines magnetischen Kalorimeter bei einer Photonenergie von 5,9 keV konnte zu 1,96 eV bestimmt werden [Heu11, Pie12] und ist somit vergleichbar mit der erreichten Auflösung von Phasenübergangssensoren.

Eindringtiefenthermometer

Bei den jüngsten Vertretern der Tieftemperaturkalorimeter handelt es sich um sogenannte Eindringtiefenthermometer, in denen die magnetischen Eigenschaften eines Supraleiters Auskunft über die Temperatur geben.

Ein Supraleiter verhält sich nahezu wie ein perfekter Diamagnet, was bedeutet, dass der magnetische Fluss aus dessen Inneren verdrängt wird. An der Oberfläche dringt das Magnetfeld jedoch leicht in den Supraleiter ein, wobei die Eindringtiefe bei Temperaturen nahe der Übergangstemperatur T_c zwischen Normal- und Supraleitung eine starke Temperaturabhängigkeit proportional zu $(1 - (T/T_c)^4)^{-1/2}$ aufweist. Dies führt zu einer temperaturabhängigen Magnetfeldkonfiguration, die als magnetischer Fluss in einer Einkoppelspule registriert wird.

Bereits in einer frühen Entwicklungsphase konnte mit einem Prototyp eines solchen Eindringtiefenthermometers, dessen supraleitender Temperatursensor aus einer Hafnium-Folie bestand, bei einer Photonenergie von 5,9 keV eine Energieauflösung von $\Delta E_{\rm FWHM} = 15,4 \, {\rm eV}$ beobachtet werden [Ran09]. Mit einem auf einer Molybdän-Gold-Schichtstruktur basierenden Eindringtiefenthermometer wurde sogar eine Energieauflösung von 4,3 eV erreicht [Nag12]. Es ist zu erwarten, dass dieses Detektionsprinzip in naher Zukunft bezüglich Energieauflösung mit den Phasenübergangssensoren und den magnetischen Kalorimetern gleichziehen wird, sofern die magnetischen Eigenschaften der supraleitenden Temperatursensoren besser verstanden und kontrollierbar sind [Foe12].

3. Grundlagen magnetischer Kalorimeter

Bei magnetischen Kalorimetern handelt es sich, wie bereits in Abschnitt 2.2.3 erwähnt, um energiedispersive Röntgendetektoren, welche zur Klasse der Tieftemperaturkalorimeter zählen. Abbildung 3.1 zeigt die wesentlichen Bestandteile eines solchen magnetischen Kalorimeters.



Abb. 3.1 Schematische Darstellung eines magnetischen Kalorimeters.

Ein geeigneter Absorber dient dazu, die zu detektierenden Röntgenphotonen zu stoppen und deren Energie aufzunehmen. In gutem thermischen Kontakt zu dem Absorber befindet sich ein Paramagnet, welcher als Temperatursensor fungiert und selbst wiederum thermisch schwach an ein Wärmebad angekoppelt ist. Der Paramagnet befindet sich in einem schwachen magnetischen Feld, wodurch er eine temperaturabhängige Magnetisierung aufweist. Diese wird mit einer Detektionsschleife in der Umgebung des Paramagneten nachgewiesen. Ein induktiv an die Detektionsspule gekoppeltes SQUID-Magnetometer dient der Übersetzung dieses magnetischen Flusses in ein Spannungssignal und dessen Verstärkung.

Basierend auf dem ersten Hauptsatz der Thermodynamik bewirkt die Absorption eines Röntgenphotons der Energie E in dem Kalorimeter einen Temperaturanstieg

$$\delta T \cong \frac{E}{C_{\text{ges}}} \quad , \tag{3.1}$$

wobei mit C_{ges} die Gesamtwärmekapazität des Kalorimeters bezeichnet ist. Aufgrund der Temperaturerhöhung kommt es zu einer Änderung der Magnetisierung des Temperatursensors gemäß

$$\delta M \cong \frac{\partial M}{\partial T} \,\delta T \quad , \tag{3.2}$$

welche mit einer Änderung des magnetischen Flusses

$$\delta \Phi \propto \frac{\partial M}{\partial T} \frac{E}{C_{\text{ges}}} \tag{3.3}$$

in der von der Detektionsspule eingeschlossenen Fläche einhergeht. Da es sich bei der Detektionsspule um eine geschlossene supraleitende Struktur handelt, gilt jedoch, dass in der eingeschlossenen Fläche der magnetische Fluss eine Erhaltungsgröße darstellt. Dies wird durch einen in der Detektionsspule induzierten Strom

$$\delta I \propto \delta \Phi \propto E \tag{3.4}$$

gewährleistet, welcher ein Magnetfeld erzeugt, das dem vom Paramagneten verursachten Feld entgegengerichtet ist. Dieser Abschirmstrom wird mittels eines SQUID-Magnetometers (siehe Abschnitt 5) verstärkt und dient somit als zur deponierten Energie proportionale Messgröße.

3.1 Paramagnetischer Temperatursensor

Im Rahmen dieser Arbeit dient eine Legierung aus Gold und einer geringen Menge des zu den Seltenen Erden zählenden Metalls Erbium als Temperatursensor, wobei die paramagnetischen Eigenschaften von den Erbium-Atomen erzeugt werden. Es handelt sich hierbei um ein metallisches Material¹. Dies bringt den Vorteil, dass aufgrund der guten thermischen Kopplung der magnetischen Momente an die Leitungselektronen das Magnetisierungssignal mit einer Relaxationszeit von unter 1 µs sehr schnell dem Temperaturanstieg folgt. In Dielektrika beträgt die Relaxationszeit der magnetischen Momente hingegen einige Millisekunden [Fau93], da hier nur die wesentlich schlechtere Ankopplung an die Phononen existiert. Des Weiteren führt bei tiefen Temperaturen die Anwesenheit von Leitungselektronen in Metallen zu einer höheren Wärmeleitfähigkeit. Ein metallischer Temperatursensor besitzt somit schneller eine homogene Temperatur als ein dielektrischer Sensor.

In den folgenden Abschnitten dieses Kapitels werden die grundlegenden magnetischen und thermodynamischen Eigenschaften des in dieser Arbeit verwendeten Materials <u>Au</u>:Er ausführlich dargelegt.

 $^{^{1}}$ Man spricht in diesem Fall von einem *metallischen* magnetischen Kalorimeter. Die in dieser Arbeit behandelten Kalorimeter verwenden ausschließlich metallische Temperatursensoren, weshalb im Folgenden auf diesen Namenszusatz verzichtet wird.

3.1.1 Einzelnes Erbium-Ion in einem Gold-Kristall

Gold besitzt als Festkörper eine kubisch-flächenzentrierte Kristallstruktur mit einer Gitterkonstanten von 4,08 Å. Ein in diesen Kristall eingebrachtes Erbium-Atom besetzt einen regulären Gitterplatz und gibt dabei drei seiner Elektronen an das Leitungsband ab. Somit liegt Erbium als Er³⁺-Ion mit der Elektronenkonfiguration [Kr] $4d^{10}4f^{11}5s^25p^6$ vor, wobei durch die nicht vollständig gefüllte 4f-Schale ein permanentes magnetisches Moment vorhanden ist.

Das Erbium-Ion besitzt einen Radius von etwa 1 Å, wobei sich die 4f-Elektronen bei einem mittleren Kernabstand von 0,4 Å aufhalten. Dadurch werden diese durch die weiter außen liegenden und vollständig gefüllten Schalen von den Leitungselektronen und dem Kristallfeld abgeschirmt. Dies hat zur Folge, dass Spin S, Bahndrehimpuls L und Gesamtdrehimpuls J des Ions entsprechend den Hundschen Regeln berechnet werden können. Unter der Annahme, dass die 4f-Schale perfekt abgeschirmt wird, besitzt das Erbium-Ion in Abwesenheit eines äußeren Magnetfelds einen 16fach entarteten Grundzustand mit Gesamtdrehimpuls J = 15/2, Spin S = 3/2 und Gesamtbahndrehimpuls L = 6. Dies führt zu einem magnetischen Moment

$$\boldsymbol{\mu} = -g_J \mu_{\rm B} \boldsymbol{J} \quad , \tag{3.5}$$

wobe
i $\mu_{\rm B}=9,274\cdot 10^{-24}\,{\rm J/T}$ das Bohrsche Magneton bezeichnet und der Landé-Faktor durch

$$g_J = 1 + \frac{J(J+1) + S(S+1) - L(L+1)}{2J(J+1)} = \frac{6}{5}$$
(3.6)

gegeben ist [Abr70].

Bei Temperaturen oberhalb von 100 K zeigt sich eine gute Übereinstimmung mit den Hundschen Regeln [Wil69]. Unterhalb dieser Temperaturen kann jedoch der Einfluss des Kristallfelds beobachtet werden, welcher eine teilweise Aufhebung der Entartung des Grundzustands in mehrere Multipletts bewirkt. Das energetisch günstigste Multiplett, ein Kramers- Γ_7 -Doublett, besitzt dabei einen Abstand von etwa 17 K zum nächsthöhergelegenen Multiplett [Wil69, Sjö75, Dav73, Hah92].

Da magnetische Kalorimeter typischerweise bei Temperaturen unterhalb von 100 mK betrieben werden, kann davon ausgegangen werden, dass ausschließlich das unterste Doublett besetzt wird. Dies hat zur Folge, dass sich jedes Ion effektiv wie ein Zwei-Niveau-System mit Quasispin $\tilde{S} = 1/2$ und Landé-Faktor $\tilde{g} = 6,8$ verhält [Abr70], welches in einem äußeren Magnetfeld *B* eine Zeeman-Aufspaltung

$$\varepsilon = \tilde{g}\mu_{\rm B}B\tag{3.7}$$

erfährt. Der folgende Abschnitt beschäftigt sich mit den daraus resultierenden thermodynamischen Eigenschaften eines Ensembles solcher magnetischer Momente mit Spin 1/2. Wie aus Gleichung 3.3 hervorgeht, sind für den Betrieb eines magnetischen Kalorimeters insbesondere die Wärmekapazität und die Temperaturabhängigkeit der Magnetisierung von Interesse.

3.1.2 Wärmekapazität und Magnetisierung des Zeeman-Systems

Unter der Annahme, dass die Erbium-Ionen in dem Wirtsmaterial Gold so stark verdünnt vorliegen, dass die Wechselwirkung untereinander vernachlässigbar ist, erlaubt die statistische Physik auf einfache Weise die Bestimmung der thermodynamischen Eigenschaften dieses Ensembles aus N magnetischen Momenten über die freie Energie

$$F = -Nk_{\rm B}T\ln z \quad , \tag{3.8}$$

wobei $k_{\rm B} = 1.38 \cdot 10^{-23} \,\mathrm{J/K}$ die Boltzmann-Konstante,

$$z = e^{-E_{-}/k_{\rm B}T} + e^{-E_{+}/k_{\rm B}T}$$
(3.9)

die Ein-Teilchen-Zustandsdichte und darin

$$E_{\pm} = \pm \frac{\varepsilon}{2} = \pm \frac{1}{2} \tilde{g} \mu_{\rm B} B \tag{3.10}$$

die Energieniveaus des Zwei-Niveau-Systems im Magnetfeld B bezeichnen.

Die Wärmekapazität des Zeeman-Ensembles erhält man aus der zweiten Ableitung der freien Energie nach der Temperatur entsprechend

$$C_{\rm Z} = -T \frac{\partial^2 F}{\partial T^2} = N k_{\rm B} \left(\frac{\varepsilon}{k_{\rm B}T}\right)^2 \frac{\mathrm{e}^{\varepsilon/k_{\rm B}T}}{\left(\mathrm{e}^{\varepsilon/k_{\rm B}T} + 1\right)^2} \quad . \tag{3.11}$$

Von tiefen Temperaturen $(k_{\rm B}T < \varepsilon)$ kommend steigt die Wärmekapazität demnach proportional zu $e^{-\varepsilon/k_{\rm B}T}$ an, bevor sie bei $k_{\rm B}T \approx 0,42 \varepsilon$ ein Maximum durchläuft und anschließend proportional zu B^2/T^2 abfällt. Die durchgezogene Kurve in Abbildung 3.2a zeigt diesen als Schottky-Anomalie bezeichneten Verlauf, normiert auf den Beitrag eines einzelnen Zwei-Niveau-Systems.

Die Magnetisierung ergibt sich aus der Ableitung der freien Energie nach dem Magnetfeld zu

$$M = -\frac{1}{V}\frac{\partial F}{\partial B} = \frac{N}{V}\frac{\tilde{g}\mu_{\rm B}}{2}\tanh\frac{\varepsilon}{2k_{\rm B}T} \quad . \tag{3.12}$$

Im Falle hoher Temperaturen $(k_{\rm B}T \gg \varepsilon)$ vereinfacht sich dieser Zusammenhang zu dem sogenannten Curie-Verhalten $M \propto 1/T$. Zu tiefen Temperaturen hingegen befinden sich zunehmend mehr der Zwei-Niveau-Systeme im energetisch niedrigeren Zustand, der einer Orientierung parallel zum Magnetfeld *B* entspricht, sodass die Magnetisierung bei einem Wert von $M = N\tilde{g}\mu_{\rm B}/2V$ sättigt. Abbildung 3.2b zeigt die



Abb. 3.2 Vergleich des berechneten Temperaturverlaufs der Wärmekapazität (\mathbf{a}) und der Magnetisierung (\mathbf{b}) eines <u>Au</u>:Er-Sensors ohne Wechselwirkung zwischen den magnetischen Momenten mit dem Verlauf für verschiedene Erbium-Konzentrationen.

auf den Beitrag eines Zwei-Niveau-Systems normierte Magnetisierung als Funktion der inversen Temperatur (durchgezogene Kurve) für eine Zeeman-Aufspaltung von $\varepsilon/k_{\rm B} = 30 \,\mathrm{mK}$, dies entspricht einem Magnetfeld von 6,6 mT.

Berücksichtigt man nun Wechselwirkungen zwischen den magnetischen Momenten, werden Korrekturen der zuvor angegebenen thermodynamischen Größen notwendig. Die Interaktion der Momente miteinander beruht im Wesentlichen auf zwei Effekten. Zum einen wechselwirken zwei magnetische Momente, die sich im Abstand r zueinander befinden, aufgrund ihres magnetischen Dipolmoments direkt miteinander, wobei die Stärke dieser Dipol-Dipol-Wechselwirkung proportional zu r^{-3} skaliert. Zum anderen kommt es aufgrund der im Wirtsmetall Gold vorhandenen Leitungselektronen zu einer durch diese vermittelte indirekte Austauschwechselwirkung zwischen den magnetischen Momenten, die als RKKY-Wechselwirkung² bezeichnet wird und ebenfalls eine Abhängigkeit proportional zu r^{-3} aufweist. Aufgrund der gleichen Abstandsabhängigkeit kann die Stärke der RKKY-Wechselwirkung relativ zu der der Dipol-Dipol-Wechselwirkung als globaler Parameter $\alpha = \Gamma_{\rm RKKY}/\Gamma_{\rm DD}$ angegeben werden [Fle00]. Der Einfluss dieser beiden Wechselwirkungsprozesse auf die thermodynamischen Eigenschaften des Sensormaterials kann entweder mittels Molekularfeldnäherungen numerisch simuliert oder bereits bei der Herleitung der Zeeman-Aufspaltung aus Gleichung 3.7 in Form von zusätzlichen Termen im Hamilton-Operator eingebunden werden [Sch00, Fle03]. Bei der Wärmekapazität des Zeeman-

²Akronym der Namen der Physiker M.A. Rudermann, C. Kittel, T. Kasuya, K. Yosida.

Systems führt die Berücksichtigung der Wechselwirkungen im Falle der hier relevanten Erbium-Konzentrationen zu einer Verbreiterung der Schottky-Anomalie um etwa einen Faktor zwei. Auch die Magnetisierung weicht von dem in Gleichung 3.12 angegebenen Temperaturverlauf ab und beginnt bereits bei etwas höheren Temperaturen zu sättigen. Den Einfluss der Wechselwirkung auf Wärmekapazität und Magnetisierung bei unterschiedlichen Erbium-Konzentrationen und damit verschiedenen mittleren Abständen zwischen den magnetischen Momenten zeigen die gestrichelten Kurven in Abbildung 3.2.

Neben den Wechselwirkungen zwischen den magnetischen Momenten in Au:Er ist der Einfluss des Kernspins zu beachten. Erbium besteht in seiner natürlichen Zusammensetzung zu etwa 23 % aus ¹⁶⁷Er, das einen Kernspin von I = 7/2 besitzt, wohingegen die übrigen fünf stabilen Erbium-Isotope keinen Kernspin tragen. Der endliche Kernspin von ¹⁶⁷Er koppelt mit dem effektiven Spin $\tilde{S} = 1/2$ der 4f-Elektronen zu zwei möglichen Gesamtdrehimpulsen F = 3 und F = 4, die im Nullfeld zwei (2F + 1)-fach entartete Zustände mit einer Hyperfeinaufspaltung von etwa 140 mK bilden [Sjö75]. In Anwesenheit eines äußeren Magnetfelds wird die Entartung aufgehoben. Dies führt zum einen zu einer komplizierteren Ein-Teilchen-Zustandssumme als in Gleichung 3.9 angegeben und damit zu anderen Ausdrücken für die Wärmekapazität und die Magnetisierung (vgl. Gleichungen 3.11 und 3.12). Zum anderen bewirken Anregungen zwischen den Multipletts mit F = 3 und F = 4nicht notwendigerweise eine Änderung des magnetischen Moments. Dementsprechend wird eine in den Detektor eingetragene Energie von den Erbium-Ionen des Isotops ¹⁶⁷Er weniger effizient in eine Magnetisierungsänderung umgesetzt [Fle00]. Aus diesen Gründen wurde für die Herstellung der in dieser Arbeit beschriebenen paramagnetischen Temperatursensoren isotopenangereichertes Au: Er verwendet, bei dem der Anteil von ¹⁶⁷Er in der Isotopenzusammensetzung des Erbiums auf etwa 1,2% reduziert war.

3.1.3 Weitere Beiträge zur spezifischen Wärme von Au:Er

Abgesehen von den magnetischen Momenten der Er^{3+} -Ionen leisten drei weitere thermodynamische Systeme einen Beitrag zur spezifischen Wärme von <u>Au</u>:Er.

Einen Beitrag liefert das System der Phononen. Dieser bei tiefen Temperaturen mit der dritten Potenz der Temperatur skalierende Beitrag zur spezifischen Wärme liegt bei den typischen Arbeitstemperaturen eines magnetischen Kalorimeters um etwa sechs Größenordnungen unter dem der magnetischen Momente und wird daher bei allen weiteren Überlegungen vernachlässigt.

Da es sich bei <u>Au</u>: Er um ein normalleitendes Metall handelt, liefern die Leitungselektronen einen weiteren Beitrag zur spezifischen Wärme, der durch $c_{\rm el} = \gamma T$ gegeben ist. Der sogenannte Sommerfeld-Koeffizient γ , der durch die elektronische Zustandsdichte an der Fermi-Kante bestimmt ist, besitzt für Gold einen Wert von etwa 0.73 mJ/(K^2mol) [Phi71]. Bei einer Temperatur von 30 mK, einer Zeeman-Aufspaltung von ebenfalls 30 mK und einer Erbium-Konzentration von 800 ppm beträgt der Beitrag der Leitungselektronen zur spezifischen Wärme nur etwa 1.6% und könnte daher ebenfalls fast vernachlässigt werden. In den in Kapitel 4 und 7 folgenden Berechnungen wird dieser Beitrag jedoch weiter berücksichtigt, da obiger Ausdruck ohnehin für die Bestimmung der Wärmekapazität des in Abschnitt 3.2 näher beschriebenen Röntgenabsorbers aus Gold verwendet wird.

Der letzte Beitrag zur spezifischen Wärme von <u>Au</u>:Er konnte in Wärmekapazitätsmessungen im Temperaturbereich von 70 µK bis 100 mK [Her00] sowie in der Signalform früher magnetischer Kalorimeter [Fle98] beobachtet und in [Ens00a] auf die Kerne der Gold-Atome des Wirtsmetalls zurückgeführt werden. Gold besteht fast ausschließlich aus dem Isotop ¹⁹⁷Au, das einen Kernspin von I = 3/2 und ein vergleichsweise großes Kernquadrupolmoment besitzt. In reinem Gold sind die daraus resultierenden Energiezustände aufgrund der kubischen Kristallsymmetrie entartet. Die Anwesenheit der Erbium-Ionen führt wegen der unterschiedlichen Ionengröße und des ungleichen Ladungszustands jedoch in deren Umgebung zu einer Störung der kubischen Symmetrie des elektrischen Feldgradienten, der eine Aufhebung der Entartung der Quadrupolzustände bewirkt. Die resultierende Wärmekapazität steigt zu tiefen Temperaturen hin an und ist nahezu unabhängig von äußeren Magnetfeldern im Bereich weniger 10 mT.

3.2 Röntgenabsorber

Meist stellt die Anwendung, für die das jeweilige magnetische Kalorimeter entwickelt wird, gewisse Randbedingungen an den Röntgenabsorber. Die wichtigste Anforderung ist dabei typischerweise, dass möglichst viele der einfallenden Teilchen gestoppt werden und dabei deren gesamte Energie an das Kalorimeter übertragen. Röntgenphotonen, die eine Energie unterhalb von 1 MeV besitzen, interagieren vorwiegend über den Photoeffekt mit dem Absorbermaterial. Da der Wirkungsquerschnitt für diesen Prozess etwa mit Z^4 skaliert, bietet sich die Verwendung von Elementen mit hoher Kernladungszahl Z an.

Allgemein stehen drei verschiedene Klassen von Materialien für die Verwendung als Röntgenabsorber in magnetischen Kalorimetern zur Verfügung: Dielektrika, Normalleiter und Supraleiter.

Vom Gesichtspunkt der Wärmekapazität würde sich die Verwendung von Dielektrika empfehlen, da deren spezifische Wärme nur durch das System der Phononen gegeben ist und somit aufgrund der T^3 -Abhängigkeit bei den Betriebstemperaturen des Kalorimeters sehr gering ausfällt. Allerdings rekombinieren die nach Absorption eines Röntgenphotons erzeugten Elektron-Loch-Paare zum Teil für lange Zeit nicht miteinander oder emittieren dabei Szintillationslicht, was beides zu ungewollten parasitären Effekten und unter anderem zu Verbreiterungen untersuchter Spektrallinien führt.

Supraleiter besitzen bei Temperaturen weit unter der Sprungtemperatur ebenfalls eine sehr geringe Wärmekapazität, da die Anregung von Quasiteilchen nur einen Beitrag zur spezifischen Wärme proportional zu $(\Delta/k_{\rm B}T)^{3/2} e^{-\Delta/k_{\rm B}T}$ liefert, wobei Δ die Energielücke des Supraleiters ist. Tieftemperaturkalorimeter, die mit supraleitenden Absorbern aus Rhenium [Gat92, Hau06, Por07], Aluminium [Wel08, Ran09], Zink [Hen12] oder anderen Supraleitern [Cos93] ausgestatten waren, zeigten nach der Absorption eines Röntgenphotons ein Thermalisierungsverhalten, das sich wesentlich von dem eines entsprechenden Detektors mit normalleitenden Absorbern unterscheidet. Zum einen scheint sich die Wärme verhältnismäßig langsam auszubreiten. Zum anderen wird ein gewisser Teil der deponierten Energie von langlebigen Zuständen, die vermutlich zu Quasiteilchen aufgebrochenen Cooper-Paaren entsprechen, aufgenommen. Die langsame Freisetzung dieser Energie führt dazu, dass das Kalorimeter erst mehrere Sekunden nach der Absorption des Photons wieder mit dem Wärmebad im thermischen Gleichgewicht steht, wohingegen ein Detektor mit normalleitendem Absorber typischerweise nach etwa 10 ms wieder die Temperatur des Wärmebades besitzt.

Da die thermodynamischen Eigenschaften normalleitender Metalle wesentlich besser theoretisch verstanden und vorhersehbar sind, bietet sich diese Materialklasse trotz der durch die Leitungselektronen dominierten und vergleichsweise hohen spezifischen Wärme für die Verwendung als Röntgenabsorber an. Außerdem findet der Wärmetransport auf kürzeren Zeitskalen als in Dielektrika oder Supraleitern statt. Insbesondere ist die Verwendung von Normalleitern mit hoher elektrischer Leitfähigkeit σ günstig, da diese bei tiefen Temperaturen auch eine hohe Wärmeleitfähigkeit besitzen.

Das im Rahmen dieser Arbeit entwickelte magnetische Kalorimeter ist daher mit einem Röntgenabsorber aus Gold ausgestattet, da dieses Material einen geeigneten Kompromiss zwischen hohem Absorptionswirkungsquerschnitt, hoher elektrischer Leitfähigkeit und vertretbarer spezifischer Wärme darstellt.

3.2.1 Eigenschaften von Gold als Material für den Röntgenabsorber

Gold zählt mit Z = 79 neben Platin (Z = 78) und Bismut (Z = 83) zu den wenigen Metallen, die eine hohe Kernladungszahl besitzen und selbst bei Temperaturen von



Abb. 3.3 Absorptionswahrscheinlichkeit einer 140 µm dicken Schicht aus Gold als Funktion der Photonenergie. Die gestrichelte Kurve zeigt als Vergleich die Absorptionswahrscheinlichkeit einer ebenso dicken Kupfer-Schicht.

einigen Millikelvin noch normalleitend sind. Abbildung 3.3 zeigt die Absorptionswahrscheinlichkeit einer 140 µm dicken Schicht aus Gold als Funktion der Energie der einfallenden Photonen. Die blaue Kurve basiert hierbei auf Tabellenwerten des Absorptionskoeffizienten aus der XCOM-Datenbank [Ber10], die rote Kurve stammt aus Monte-Carlo-Simulationen, die mit dem Programm PENELOPE [Sal08] durchgeführt wurden. Die Abweichungen lassen sich darauf zurückführen, dass bei den Monte-Carlo-Simulationen nur der sogenannte Photopeak berücksichtigt wird, also der Anteil der Photonen, deren gesamte Energie in der Gold-Schicht deponiert wird. Die gestrichelte Linie zeigt zum Vergleich die Absorptionswahrscheinlichkeit einer ebenso dicken Schicht aus Kupfer (Z = 29).

Zudem zeichnet sich Gold dadurch aus, dass neben dem stabilen ¹⁹⁷Au nur Isotope existieren, die mit Halbwertszeiten von wenigen Tagen zerfallen. Es handelt sich bei Gold somit um ein Element mit geringer Eigenaktivität.

Gegenüber Bismut besitzt Gold den Vorteil, dass es mit einer verhältnismäßig geringen Anzahl von Gitterdefekten, an denen die Leitungselektronen gestreut werden, hergestellt werden kann. Somit besitzt Gold bei tiefen Temperaturen eine vergleichsweise hohe thermische Leitfähigkeit.

Die spezifische Wärme von Gold wird bei Temperaturen unter 100 mK durch den Beitrag der Leitungselektronen dominiert und besitzt eine lineare Temperaturabhängigkeit $c_{Au} = \gamma T$, wobei der Sommerfeld-Koeffizient den Wert $\gamma = 0.73 \text{ mJ/(K^2mol)}$ besitzt [Phi71]. Die Röntgenabsorber des in Kapitel 4.2 vorgestellten Kalorimeters besitzen ein Volumen von jeweils $2000 \cdot 500 \cdot 140 \text{ µm}^3$ und somit eine Wärmekapazität von $C_a = 0.5 \text{ nJ/K}$ bei einer Temperatur von 50 mK. Würde das Kalorimeter nur aus dem Röntgenabsorber bestehen, so würde entsprechend Gleichung 3.1 die



Abb. 3.4 Mögliche Varianten der Detektionsspule. a) Zylindrische Geometrie. b) Planare, mäanderförmige Geometrie. c) Gradiometrischer Aufbau mit planarer, mäanderförmiger Geometrie.

Absorption eines Röntgenphotons mit einer Energie von 60 keV eine Temperaturerhöhung von $\Delta T = 19 \,\mu\text{K}$ hervorrufen.

3.3 Detektionsspule

Das Magnetisierungssignal des paramagnetischen Sensors wird, wie in Gleichung 3.3 gezeigt, als Änderung des magnetischen Flusses in einer supraleitenden Detektionsspule nachgewiesen. Generell sind viele sinnvolle Varianten der Detektionsspule möglich. Die ersten magnetischen Kalorimeter besaßen einen zylinderförmigen Temperatursensor, der von der Detektionsspule ähnlich der Skizze in Abbildung 3.4a umgeben war, welche wiederum induktiv an ein SQUID-Magnetometer gekoppelt wurde [Büh88, Ban93]. Solch eine zylindrische Anordnung besitzt den Nachteil, dass sie aufgrund der dreidimensionalen Struktur der spiralförmigen Detektionsspule nur schwer über Mikrostrukturierungsprozesse und damit in großer Stückzahl hergestellt werden kann.

Wesentlich einfacher lässt sich mit dieser Technik hingegen eine Geometrie realisieren, bei der die Detektionsspule die Form eines in einer Ebene verlaufenden Mäanders besitzt und von dem paramagnetischen Sensor bedeckt wird. Abbildung 3.4b zeigt schematisch in der Draufsicht und im Querschnitt solch eine Anordnung inklusive des supraleitenden Flusstransformators, über die die Detektionsspule induktiv an ein SQUID-Magnetometer gekoppelt wird. Bei dem im Rahmen dieser Arbeit entwickelten magnetischen Kalorimeter betragen die Breite und der Abstand der Streifen der mäanderförmigen Detektionsspule sowie die Höhe des <u>Au</u>:Er-Sensors und damit auch der maximale Abstand eines magnetischen Moments zur Detektionsspule nur wenige Mikrometer. Die genauen Abmessungen sind in Kapitel 4.2 zu finden, während eine detaillierte Beschreibung der für die Herstellung verwendeten Mikrostrukturierungsprozesse in Kapitel 4.3 gegeben wird.

Die in Abbildung 3.4b gezeigte Anordnung lässt sich wie in Abbildung 3.4c dargestellt erweitern, in dem man zwei mäanderförmige Detektionsspulen parallel schaltet und jeweils mit einem <u>Au</u>:Er-Sensor bedeckt. Gleiche Temperaturänderungen beider Sensoren erzeugen einen betragsmäßig gleichen Abschirmstrom δI in der Einkoppelspule des SQUIDs, allerdings mit entgegengesetztem Vorzeichen. Das führt dazu, dass gleichzeitig erzeugte Magnetisierungsänderungen, die zum Beispiel bei Temperaturschwankungen des Wärmebads auftreten können, kein Signal im SQUID erzeugen. Signale, die durch die Absorption eines Röntgenphotons in nur einem der <u>Au</u>:Er-Sensoren hervorgerufen werden, sind des Weiteren durch deren Polarität eindeutig der jeweiligen Detektorhälfte zuzuordnen. Man erhält somit ein magnetisches Kalorimeter, das hinsichtlich der Temperatur und der Empfindlichkeit auf äußere Magnetfelder ein Gradiometer erster Ordnung darstellt und zwei unterscheidbare Detektionsflächen, von nun an als Pixel bezeichnet, in sich vereinigt.

3.3.1 Erzeugung des Magnetfelds durch die Detektionsspule

Bei den in Abbildung 3.4 dargestellten Anordnungen, in denen die Detektionsspule Teil eines geschlossenen, vollständig supraleitenden Stromkreises ist, der induktiv an ein SQUID-Magnetometer gekoppelt ist, kann das zur Ausrichtung der magnetischen Momente des <u>Au</u>:Er-Sensors benötigte Magnetfeld *B* durch einen Dauerstrom I_0 in der Detektionsspule selbst erzeugt werden. Im Falle der gradiometrischen Anordnung in Abbildung 3.4c existieren mehrere geschlossene supraleitende Schleifen, die einen Dauerstrom tragen können. Wie in Kapitel 6.4 detaillierter beschrieben wird, präpariert man den Dauerstrom vorteilhaft so, dass er durch die beiden Detektionsspulen aber nicht durch die Einkoppelspule des SQUID-Magnetometers fließt.

Abbildung 3.5 zeigt die mittels des Finite-Elemente-Programms FEMM³ numerisch simulierte Verteilung der Magnetfeldstärke als Falschfarben und in den schwarzen Linien die zugehörigen Äquipotentialflächen des Vektorpotentials, die durch einen elektrischen Strom I_0 in der mäanderförmigen Detektionsspule erzeugt werden. Für die Simulation wurden die geometrischen Parameter des in Kapitel 4.2 diskutierten Detektordesigns verwendet. Die Streifen der supraleitenden Detektionsspule wurden als perfekt diamagnetisch angenommen. Die Streifenbreite beträgt 6 µm bei

³Finite Element Method Magnetics, Version 4.2, D. Meeker, Freeware, www.femm.info.



Abb. 3.5 Querschnitt durch zwei benachbarte Streifen der mäanderförmigen Detektionsspule (schwarze Blöcke) mit der durch einen elektrischen Strom I_0 erzeugten Verteilung der Magnetfeldstärke *B* (Falschfarben) und den Äquipotentialflächen des Vektorpotentials (schwarze Linien).

einer Höhe von 400 nm und einem Mitte-zu-Mitte-Abstand der Streifen von 10 µm. Der rot umrandete Bereich entspricht hierbei dem Volumen des 2,4 µm hohen <u>Au</u>:Er-Sensors. Da dieser bei den Betriebstemperaturen des magnetischen Kalorimeters mit $\chi < 0,2$ eine kleine Suszeptibilität besitzt, wurde in der Simulation dessen Einfluss auf die Magnetfeldverteilung vernachlässigt. Man erkennt, dass das resultierende Magnetfeld stark inhomogen ist. Somit erfahren die Erbium-Ionen je nach ihrer Position im <u>Au</u>:Er-Sensor unterschiedlich starke Zeeman-Aufspaltungen. In Abbildung 3.6 ist die Häufigkeitsverteilung der Magnetfeldstärke P(B) im Sensor für einen Strom von 100 mA in der Detektionsspule wiedergegeben⁴.

3.4 Detektorsignal nach Absorption eines Photons

In diesem Abschnitt soll das Signal, das ein magnetisches Kalorimeter mit mäanderförmiger Detektionsspule nach Absorption eines Photons erzeugt, untersucht werden. Zunächst soll aus der Magnetfeldverteilung die zu erwartende Signalgröße im SQUID-Magnetometer behandelt werden, bevor der zeitliche Verlauf des Signal diskutiert wird.

 $^{^{4}}$ Mit B ist im Folgenden der Absolutbetrag des vektoriellen Magnetfelds B bezeichnet.



Abb. 3.6 Häufigkeitsverteilung der Magnetfeldstärke in einem 2,4 µm hohen Sensor bei einem Dauerstrom von $I_0 = 100 \text{ mA}$ in der mäanderförmigen Detektionsspule. Die Bedeutung des Geometriefaktors G wird im folgenden Abschnitt erläutert. Die gestrichelte Linie markiert die mittlere Magnetfeldstärke beziehungsweise den mittleren Geometriefaktor.

3.4.1 Signalgröße im SQUID-Magnetometer

Bei Verwendung einer mäanderförmigen Detektionsspule ist das Magnetfeld, das durch einen darin eingeprägten Dauerstrom I_0 erzeugt wird, wie im vorherigen Abschnitt gezeigt wurde, inhomogen über den Sensor verteilt. Nach einem Energieeintrag δE durch Absorption eines Röntgenphotons, erfährt somit jedes infinitesimale Volumenelement d³r am Ort r des <u>Au</u>:Er-Sensors eine Magnetisierungsänderung

$$\delta M(\mathbf{r}) = \frac{\partial M(B(\mathbf{r}))}{\partial T} \frac{\delta E}{C_{\text{tot}}}$$
(3.13)

abhängig vom dort herrschenden Wert des Magnetfelds $B(\mathbf{r})$. Diese Variation der Magnetisierung erzeugt einen Beitrag

$$d(\delta\Phi) = \mu_0 \frac{G(\boldsymbol{r}/p)}{p} \,\delta M(\boldsymbol{r}) \,d^3r \tag{3.14}$$

zur magnetischen Flussänderung in der Detektionsschleife. Der dimensionslose Geometriefaktor $G(\mathbf{r}/p)$ beschreibt die magnetische Kopplung zwischen dem Volumenelement d³r und der Detektionsspule. In [Bur04] wurde für den Geometriefaktor die Beziehung

$$B(\boldsymbol{r}) = \mu_0 G(\boldsymbol{r}/p) \frac{I_0}{p}$$
(3.15)

mit dem Betrag des Magnetfelds, der Stärke des felderzeugenden Dauerstroms I_0 und dem Mitte-zu-Mitte-Abstand p der Streifen der mäanderförmigen Detektionsspule hergeleitet. Da die Feldlinienkonfiguration mit der Größe des Mäanders skaliert, ist der Geometriefaktor nur vom reduzierten Ort r/p sowie dem Verhältnis w/p zwischen Streifenbreite w und Mitte-zu-Mitte-Abstand p abhängig.

Durch Integration über das Volumen $V_{\rm s}$ des Temperatursensors erhält man die magnetische Flussänderung in der Detektionsspule pro Energieeintrag

$$\frac{\delta\Phi}{\delta E} = \left(C_{\rm a} + \int_{V_{\rm s}} c_{\rm s}(B(\boldsymbol{r})) \,\mathrm{d}^3 r\right)^{-1} \int_{V_{\rm s}} \mu_0 \frac{G(\boldsymbol{r}/p)}{p} \frac{\partial M(B(\boldsymbol{r}))}{\partial T} \,\mathrm{d}^3 r \quad , \qquad (3.16)$$

wobei mit $C_{\rm a}$ die Wärmekapazität des Röntgenabsorbers und mit $c_{\rm s}(B(\mathbf{r}))$ die magnetfeld- und damit ortsabhängige spezifische Wärme pro Volumen des <u>Au</u>:Er-Sensors bezeichnet sind.

Da die Ortsabhängigkeit der in Gleichung 3.16 auftretenden Größen nur durch die Inhomogenität des Magnetfelds entsteht, kann die Integration über das Sensorvolumen durch eine Integration über die in Abbildung 3.6 dargestellte Häufigkeitsverteilung der Magnetfeldstärke beziehungsweise des Geometriefaktors ersetzt werden. Mit dem gewichteten Mittelwert

$$\langle X \rangle = \int_{0}^{\infty} X P(B) \, \mathrm{d}B = \int_{0}^{\infty} X P(G) \, \mathrm{d}G \tag{3.17}$$

einer Größe X lässt sich somit die magnetische Flussänderung pro Energieeintrag vereinfacht darstellen als

$$\frac{\delta\Phi}{\delta E} = \frac{V_{\rm s}}{C_{\rm a} + V_{\rm s} \langle c_{\rm s} \rangle} \left\langle \mu_0 \frac{G}{p} \frac{\partial M}{\partial T} \right\rangle \quad . \tag{3.18}$$

Im Folgenden soll ein gradiometrisch aufgebautes magnetisches Kalorimeter, bei dem zwei identische mäanderförmige Detektionsspulen mit Induktivität L parallel zur Einkoppelspule L_i des SQUID-Magnetometers verschaltet sind (siehe Abbildung 3.4c), betrachtet werden. Die von einem der beiden <u>Au</u>:Er-Sensoren hervorgerufene Änderung des magnetischen Flusses $\delta\Phi$ wird nun, da der magnetische Fluss in geschlossenen supraleitenden Stromkreisen eine Erhaltungsgröße darstellt, durch Abschirmströme in diesem supraleitenden Netzwerk aus drei Spulen kompensiert. Unter Berücksichtigung der Kirchhoffschen Regeln und der Flusserhaltung in allen drei geschlossenen Stromkreisen, aus denen der hier diskutierte Aufbau besteht, lässt sich der Abschirmstrom, der durch die Einkoppelspule des SQUIDs fließt, herleiten ZU

$$\delta I_{\rm i} = \frac{\delta \Phi}{L + 2(L_{\rm i} + L_{\rm w})} \quad . \tag{3.19}$$

Durch den Parameter L_w wird die Streuinduktivität der Verbindungsleitungen zwischen den Detektionsspulen und der Einkoppelspule berücksichtigt.

Es kommt nun aufgrund der induktiven Kopplung zwischen Einkoppelspule und SQUID zu einer Änderung des magnetischen Flusses im SQUID-Magnetometer, die
durch

$$\delta \Phi_{\rm S} = M_{\rm iS} \delta I_{\rm i} = \frac{k \sqrt{L_{\rm i} L_{\rm S}}}{L + 2(L_{\rm i} + L_{\rm w})} \,\delta\Phi \tag{3.20}$$

gegeben ist. Die Gegeninduktivität $M_{\rm iS}$ zwischen Einkoppelspule und SQUID ist hierbei durch deren Induktivitäten $L_{\rm i}$ und $L_{\rm S}$ und den Kopplungsfaktor k bestimmt. Mit der Induktivität der Detektionsspule des in Kapitel 4.2 beschriebenen magnetischen Kalorimeters von L = 30 nH, den Induktivitäten und Gegeninduktivitäten der verwendeten SQUIDs, die in Tabelle 5.1 zusammengefasst sind, und einer Streuinduktivität von $L_{\rm w} = 0.5$ nH erhält man eine Fluss-zu-Fluss-Konversion von

$$\frac{\delta \Phi_{\rm S}}{\delta \Phi} = \begin{cases} 1.2 \% & ({\rm C4XS116W}) \\ 1.1 \% & ({\rm C6X114W}) \end{cases} \quad . \tag{3.21}$$

Auf den ersten Blick erscheinen solch hohe Signalverluste zwar dramatisch, eine wesentlich höhere Fluss-zu-Fluss-Konversion durch Anpassung der Induktivitäten ist jedoch aus folgenden Gründen nicht möglich. Zum einen ist die Induktivität L der Detektionsspule durch die an den Detektor gestellten Randbedingungen gegeben und kann somit nicht wesentlich reduziert werden. Zum anderen leiden SQUIDs mit großer Induktivität $L_{\rm S}$ verstärkt unter Rauschen und anderen parasitären Effekten, so dass letztendlich ein verringertes Signal vorteilhafter ist als die Verwendung eines großen SQUIDs.

3.4.2 Zeitlicher Verlauf des Detektorsignals

Ein magnetisches Kalorimeter, das aus einem Au:Er-Temperatursensor und einem normalleitenden Röntgenabsorber besteht, kann in einfachster aber bereits sehr treffender Näherung durch das in Abbildung 3.7 dargestellte Modell eines kanonischen Ensembles bestehend aus zwei thermodynamischen Subsystemen beschrieben werden. Das Zeeman-System der magnetischen Momente im Au:Er-Sensor mit Wärmekapazität $C_{\rm Z}$ stellt hierbei das eine Subsystem dar. Bei dem zweiten handelt es sich um das System der Leitungselektronen im Absorber und Sensor mit Wärmekapazität $C_{\rm e}$. Zur Vereinfachung wurden in diesem Modell die Systeme der Phononen und der Kernquadrupolmomente im Sensor (siehe Abschnitt 3.1.3) vernachlässigt. Die beiden Subsysteme können über eine thermische Verbindung, die durch die Wärmeleitfähigkeit $G_{\rm Ze}$ beschrieben wird, Wärme miteinander austauschen. Des Weiteren ist das System der Leitungselektronen thermisch über G_{eb} an das Wärmebad gekoppelt, welches eine konstante Temperatur $T_{\rm b}$ besitzt. Die parallel zu den thermischen Kopplungen eingezeichneten, zeitlich variierenden, thermischen Rauschquellen $P_{\rm Ze}(t)$ und $P_{\rm eb}(t)$ dienen der Beschreibung von Energiefluktuationen zwischen den einzelnen Systemen und werden in Abschnitt 4.1.1 näher betrachtet. Die Absorption



Abb. 3.7 Thermodynamisches Modell eines magnetischen Kalorimeters als kanonisches Ensemble mit zwei Subsystemen.

eines Röntgenphotons im Kalorimeter wird als zeitabhängiger Wärmeeintrag Q(t) im System der Leitungselektronen modelliert.

Aus dem in Abbildung 3.7 dargestellten thermischen Ersatzschaltbild lässt sich der zeitliche Verlauf der Temperatur $T_{\rm Z}$ des Zeeman-Systems und der Temperatur $T_{\rm e}$ des Systems der Leitungselektronen in Form zweier gekoppelter Differentialgleichungen wie folgt bestimmen:

$$C_{\rm Z}T_{\rm Z} = (T_{\rm e} - T_{\rm Z})G_{\rm Ze} + P_{\rm Ze} , \qquad (3.22)$$

$$C_{\rm e} T_{\rm e} = -(T_{\rm e} - T_{\rm Z}) G_{\rm Ze} - P_{\rm Ze} - (T_{\rm e} - T_{\rm b}) G_{\rm eb} - P_{\rm eb} + \dot{Q}$$
 (3.23)

Um den zeitlichen Verlauf der Temperatur des Zeeman-Systems und damit den des Magnetisierungssignals nach der Absorption eines Röntgenphotons mit Energie E zu bestimmen, werden in den Differenzialgleichungen 3.22 und 3.23 die Rauschquellen $P_{\rm Ze}$ und $P_{\rm eb}$ vernachlässigt und der Wärmeeintrag als Diracsche Deltafunktion

$$\dot{Q}(t) = E\delta(t) \tag{3.24}$$

modelliert. Man findet, dass sich der Energieinhalt des Zeeman-Systems entsprechend

$$E_{\rm Z}(t) = C_{\rm Z} T_{\rm Z}(t) = E p(t)$$
 (3.25)

mit der Punktantwortfunktion

$$p(t) = \beta \left(e^{-t/\tau_0} - e^{-t/\tau_1} \right)$$
 (3.26)

und $\beta = C_Z/(C_Z + C_e)$ verhält. Die Zeitkonstanten τ_0 und τ_1 sind Funktionen der thermischen Leitfähigkeiten G_{Ze} und G_{eb} und der Wärmekapazitäten der beiden Subsysteme. Der Energie
inhalt des Zeeman-Systems steigt somit exponentiell mit der Zeitkonstant
e τ_0 an, die im Wesentlichen der Korringa-Zeit

$$\tau_{\rm K} = (1 - \beta) \frac{\kappa}{T_{\rm e}} \tag{3.27}$$

[Whi02] entspricht, durch die die thermische Kopplung zwischen magnetischen Momenten und den Leitungselektronen beschrieben wird. Im Falle von <u>Au</u>:Er beträgt die Korringa-Konstante $\kappa = 7 \cdot 10^{-9} \text{ Ks}$ [Sjö75], wodurch sich bei einer Temperatur von 50 mK eine Zeitkonstante um 100 ns ergibt.

Nachdem die Temperatur des Zeeman-Systems ein Maximum erreicht hat, führt die thermische Verbindung der Leitungselektronen zum Wärmebad zu einem Abfall der Temperatur zurück auf $T_{\rm b}$. Diese thermische Relaxation geschieht auf Zeitskalen von einigen Millisekunden und ist durch die Geometrie der metallischen Verbindung zum Wärmebad (siehe Kapitel 4.2) über weite Bereiche einstellbar.

An dieser Stelle sollte angemerkt werden, dass die hier gemachten Überlegungen nur gelten, wenn sich die beiden Subsysteme "punktförmig" verhalten. Dies bedeutet, dass zu jedem Zeitpunkt das System der Leitungselektronen eine einheitliche Temperatur besitzt. Gleiches muss für die magnetischen Momente der Erbium-Ionen gelten. Wie sich in Abschnitt 7.4.3 jedoch zeigen wird, kann es aufgrund der vergleichsweise großen Ausdehnung und begrenzten Wärmeleitfähigkeit des in dieser Arbeit beschriebenen Detektors zu Temperaturgradienten innerhalb des Volumens des Röntgenabsorbers kommen. In diesem Falle ist insbesondere der Anstieg des Magnetisierungssignals nicht mehr alleine durch die Korringa-Beziehung in Gleichung 3.27 sondern vielmehr durch die Zeit für die diffusive Ausbreitung der Wärme im Röntgenabsorber gegeben. Für den im Rahmen dieser Arbeit entwickelten Detektor stellt dies einen unerwünschten Einfluss auf die Signale dar, der durch die Materialwahl und die Geometrie minimiert wird. In [Kam10] wird dieser Effekt jedoch genutzt, um aus der Anstiegszeit des Detektorsignals Rückschlüsse auf den Ort im Absorber, an dem das Teilchen eingeschlagen ist, zu ziehen und somit einen positionsauflösenden Detektor zu realisieren.

4. Entwicklung eines magnetischen Kalorimeters mit optimierter Geometrie

Nachdem im vorangehenden Kapitel die generelle Funktionsweise magnetischer Kalorimeter diskutiert wurde, erfolgt in diesem Abschnitt eine Berechnung der zu erwartenden Energieauflösung, die auf der Geometrie sowie den Betriebsparametern des Kalorimeters beruht. Hierzu werden zunächst die dominanten Rauschquellen, durch die die Energieauflösung des Kalorimeters limitiert wird, behandelt. Wie im Folgenden deutlich wird, sind die Rauschbeiträge gut verstanden und können insbesondere in Abhängigkeit der relevanten Detektorparameter quantifiziert werden. Damit ist es möglich, eine Kombination der Detektorparameter zu bestimmen, für die unter Berücksichtigung gewisser Randbedingungen, die durch das Einsatzgebiet des jeweiligen Detektors vorgegebenen sind, eine möglichst gute Energieauflösung erreicht werden kann. Aus einer solchen Überlegung wurde das im Rahmen dieser Arbeit entwickelte magnetische Kalorimeter gestaltet, dessen Entwurf und Herstellung in Abschnitt 4.2 und 4.3 diskutiert werden.

4.1 Optimierung der Geometrie und der Betriebsparameter

4.1.1 Rauschquellen in magnetischen Kalorimetern

Das Rauschen eines magnetischen Kalorimeters setzt sich aus den folgenden vier dominanten Rauschquellen zusammen. Mit Ausnahme des Rauschens der Ausleseelektronik handelt es sich um Rauschquellen, die von den physikalischen Eigenschaften des Kalorimeters abhängig sind. Diese Beziehungen werden im Folgenden beschrieben.

Thermodynamische Energiefluktuationen

Wie in Kapitel 3.4.2 und Abbildung 3.7 bereits angedeutet wurde, besteht ein magnetisches Kalorimeter aus zwei dominanten Subsystemen, zwischen denen wie auch dem Wärmebad im thermischen Gleichgewicht Energie hin und her fluktuiert. Dieser Effekt wird in den Differentialgleichungen 3.22 und 3.23 durch die Rauschquellen $P_{\rm Ze}$ und $P_{\rm eb}$ mit Leistungsspektren

$$S_{P_i} = 4k_{\rm B}T^2G_i \tag{4.1}$$

berücksichtigt. In Abwesenheit eines Wärmeeintrags $\dot{Q}(t)$ erhält man aus der Lösung des Differentialgleichungssystems nach einer Fouriertransformation das Leistungsspektrum der Energiefluktuationen im Zeeman-System

$$S_{E_{\rm Z,TD}}(f) = 4k_{\rm B}T^2C_{\rm Z}\left(\frac{\alpha_0\tau_0}{1+(2\pi\tau_0 f)^2} + \frac{\alpha_1\tau_1}{1+(2\pi\tau_1 f)^2}\right) \quad . \tag{4.2}$$

Die Parameter α_0 und α_1 sind hierbei Funktionen der Wärmekapazitäten und Zeitkonstanten und erfüllen die Relation $\alpha_0 + \alpha_1 = 1$. Im Falle $\tau_0 \ll \tau_1$ gelten außerdem die Vereinfachungen $\alpha_0 \approx 1 - \beta$ und $\alpha_1 \approx \beta$.

Magnetisches Johnson-Rauschen

Die Leitungselektronen in normalleitenden Bestandteilen des Detektoraufbaus führen eine thermisch angeregte Brownsche Bewegung aus. Da es sich somit um bewegte Ladungen handelt, erzeugen diese in ihrer Umgebung fluktuierende Magnetfelder, die in der Detektionsspule als Variation des magnetischen Flusses registriert werden. Aufgrund seiner Verwandtschaft zum elektrischen Johnson-Rauschen bezeichnen wir diesen Effekt als magnetisches Johnson-Rauschen. Die Stärke des Rauschens, die durch einen Normalleiter mit elektrischer Leitfähigkeit σ und Höhe h verursacht wird, der sich im Abstand d parallel zur Ebene der mäanderförmigen Detektionsspule befindet, kann über

$$S_{\Phi,J}(f) = \frac{2,376}{4\pi} \mu_0^2 k_{\rm B} T \sigma A p \left(e^{-2\pi d/p} - e^{-2\pi (d+h)/p} \right)$$
(4.3)

quantifiziert werden [Pie08]. Die Größe A entspricht hierbei in etwa der kleineren der beiden Flächen von Detektionsspule und dem betrachteten Normalleiter, p bezeichnet den Mitte-zu-Mitte-Abstand der Streifen des Mäanders. Im Falle des in Kapitel 6.2 dargestellten experimentellen Aufbaus tragen sowohl der <u>Au</u>:Er-Sensor und der Röntgenabsorber aus Gold als auch der Experimenthalter aus Messing zum Rauschen bei. Da die SQUID-Magnetometer, die zur Auslesung des magnetischen Kalorimeters dienen, ebenfalls auf Messing aufgeklebt wurden, erzeugen die Leitungselektronen des Halters dort ebenfalls einen Beitrag zum magnetischen Johnson-Rauschen. Wie aber in Abschnitt 4.1.2 gezeigt wird, ist der Anteil des magnetischen Johnson-Rauschens am Gesamtrauschen des Detektoraufbaus vernachlässigbar gering.

1/f-Rauschen der Erbium-Ionen

In [Dan05] wurde das Rauschen eines gradiometrisch aufgebauten, also aus zwei supraleitenden Schleifen bestehenden, SQUID-Magnetometers untersucht. Zunächst

wurde das Rauschen des SQUIDs bestimmt. Anschließend wurde ein Au:Er-Zylinder in einer der beiden Schleifen des SQUIDs platziert. Ein Vergleich mit der vorherigen Messung des Rauschens zeigte einen zusätzlichen Beitrag, der sich aus dem frequenzunabhängigen magnetischen Johnson-Rauschen der Leitungselektronen und einem Anteil mit einer Frequenzabhängigkeit $S_{\Phi} \propto 1/f$ zusammensetzte. Durch einen zweiten identischen <u>Au</u>:Er-Zylinder in der zweiten SQUID-Schleife erhöhten sich beide Beiträge zur spektralen Leistungsdichte S_{Φ} um einen Faktor zwei. Außerdem konnte beobachtet werden, dass das 1/f-Rauschen im Bereich zwischen 30 mK und 4,2 K unabhängig von der Temperatur ist, aber linear mit der Erbium-Konzentration in den <u>Au</u>:Er-Zylindern zunimmt. Dies legt die Vermutung nahe, dass dieser Rauschbeitrag durch die Erbium-Ionen verursacht wird. Obwohl sich die hier verwendeten Au:Er-Legierungen um zwei bis drei Größenordnungen über der Übergangstemperatur zu einem Spinglas befinden, legt diese Beobachtung weiterhin nahe, dass ein kleiner Anteil an magnetischen Momenten im Sensor überraschend lange Relaxationszeiten von bis über eine Sekunde besitzt. Derartiges Verhalten wurde in der Literatur bisher nicht diskutiert und wird derzeit in Wechselfeld-Suszeptibilitätsmessungen untersucht [Hof12].

Durch weitere Untersuchungen in metallischen Kalorimetern mit unterschiedlichsten Geometrien konnte ermittelt werden, dass jedes der $N_{\rm Er}$ Erbium-Ionen im Temperatursensor ein Rauschen des magnetischen Moments von $S_m(f) \approx 0, 1 \, \mu_{\rm B}^2/f$ aufweist, das sich in der Summe als magnetisches Flussrauschen

$$S_{\Phi,\mathrm{Er}}(f) = \frac{\mu_0^2 \langle G^2 \rangle}{p^2} S_m(f) N_{\mathrm{Er}}$$
(4.4)

in der Detektionsspule niederschlägt [Fle03].

In [Hof12] wurde aus dem Imaginärteil der gemessenen Wechselfeld-Suszeptibilität über das Fluktuations-Dissipations-Theorem eine Vorhersage für das magnetische Flussrauschen aufgestellt. Diese ersten Ergebnisse zeigen eine gute Übereinstimmung zu Gleichung 4.4 und unterstützen die Annahme, dass <u>Au</u>:Er auch bei Temperaturen weit über dem Spinglas-Übergang Eigenschaften eines solchen frustrierten Systems aufweist.

Rauschen der Ausleseelektronik

Wie in Kapitel 5.3 und 5.5 erläutert wird, erzeugen die zur Auslesung des Detektorsignals verwendeten SQUID-Magnetometer ebenfalls ein Rauschen $S_{\Phi_{\rm S},{\rm SQ}}(f)$, dass sich aus einem frequenzunabhängigen Beitrag und einem Anteil, der sich proportional zu 1/f verhält, zusammensetzt. Auch die Raumtemperaturelektronik, die das SQUID-Signal verstärkt, trägt mit einem weißen Spannungsrauschen zum Gesamtrauschen des Aufbaus bei. Das Gesamtrauschen der verwendeten zweistufigen SQUID-Anordnungen inklusive des Beitrags der Raumtemperaturelektronik ist in Tabelle 5.1 zusammengefasst.

4.1.2 Zu erwartende Energieauflösung

Die in den vorangegangenen Abschnitten vorgestellten Rauschquellen sind über die gesamte Signalkette des Detektoraufbaus verteilt. Um die einzelnen Rauschbeiträge vergleichen zu können, werden diese mithilfe der Flusssensitivität $d\Phi/dE$ und der Fluss-zu-Fluss-Konversion $\delta\Phi_S/\delta\Phi$, die die induktive Kopplung zwischen Detektionsspule und SQUID-Magnetometer beschreibt, auf ein scheinbares Rauschen des magnetischen Flusses im SQUID-Magnetometer projiziert. Durch Addition erhält man somit für das Gesamtrauschen des Detektors

$$S_{\Phi_{\rm S},\rm ges} = \left(\frac{\delta\Phi_{\rm S}}{\delta\Phi}\right)^2 \left(\left(\frac{1}{\beta}\frac{\mathrm{d}\Phi}{\mathrm{d}E}\right)^2 S_{E_{\rm Z},\rm TD} + S_{\Phi,\rm Er} + S_{\Phi,\rm J}\right) + S_{\Phi_{\rm S},\rm SQ} \quad . \tag{4.5}$$

In Abbildung 4.1a sind die einzelnen Rauschbeiträge sowie das resultierende Gesamtrauschen wiedergegeben, wie es für die in Kapitel 4.2 diskutierte Geometrie des magnetischen Kalorimeters mit Zeitkonstanten $\tau_0 = 1$ µs und $\tau_1 = 25$ ms und mit den Parametern des SQUID-Magnetometers vom Typ C6X114W (siehe Tabelle 5.1) zu erwarten ist. Wie man sieht ist das Gesamtrauschen bei Frequenzen unterhalb von etwa 5 kHz durch das 1/f-Rauschen der Erbium-Ionen sowie durch die thermodynamischen Energiefluktuationen bestimmt, während bei höheren Frequenzen das weiße SQUID-Rauschen den dominanten Beitrag stellt. Der Anteil des magnetischen Johnson-Rauschens von <u>Au</u>:Er-Sensor und Absorber ist über den gesamten Frequenzbereich gegenüber den übrigen Rauschquellen vernachlässigbar.

Durch Transformation der den zeitlichen Verlauf des Detektorsignals beschreibenden Punktantwortfunktion p(t) aus Gleichung 3.26 in den Frequenzraum, erhält man die spektrale Dichte des Signals

$$|\tilde{p}(f)| \approx \frac{2\tau_1 \beta}{\sqrt{1 + (2\pi\tau_0 f)^2}} \sqrt{1 + (2\pi\tau_1 f)^2}$$
 (4.6)

Hierbei wurde angenommen, dass die Wärmekapazitäten des Zeeman-Systems und der Leitungselektronen etwa gleich groß sind ($\beta \approx 0, 5$) und dass das Signal wesentlich schneller ansteigt als es abfällt ($\tau_0 \ll \tau_1$). Ferner bildet die Transformation der Punktantwortfunktion nur auf positive Frequenzen ab. Der aus den Parametern des in Kapitel 4.2 vorgestellten Detektors resultierende Verlauf der spektrale Dichte des Signals ist in Abbildung 4.1b dargestellt. Bei niedrigen Frequenzen ist die spektrale Dichte frequenzunabhängig, bis sie zunächst proportional zu 1/f und schließlich mit $1/f^2$ abfällt. Die Abschneidefrequenzen sind hierbei durch die Zeitkonstanten τ_0 und τ_1 gegeben, die den Signalverlauf charakterisieren.



Abb. 4.1 a) Frequenzabhängige Leistungsdichte der einzelnen Rauschbeiträge und des resultierenden Gesamtrauschens eines magnetischen Kalorimeters. b) Frequenzabhängigkeit der spektralen Dichte des Detektorsignals und des Signal-zu-Rauschen-Verhältnisses.

Aus der spektralen Dichte des Detektorsignals und dem scheinbaren Gesamtrauschen des Energieinhalts des Zeeman-Systems

$$S_{E_{\rm Z,ges}}(f) = \beta^2 \left(\frac{\delta\Phi_{\rm S}}{\delta\Phi} \frac{\mathrm{d}\Phi}{\mathrm{d}E}\right)^{-2} S_{\Phi_{\rm S,ges}}(f) \tag{4.7}$$

lässt sich nun das Signal-zu-Rauschen-Verhältnis

$$SNR(f) = \frac{\tilde{p}(f)}{\sqrt{S_{E_{z,ges}}(f)}}$$
(4.8)

bilden, welches ebenfalls in Abbildung 4.1b enthalten ist. Aus diesem kann durch eine Integration über den gesamten Frequenzraum die zu erwartende Energieauflösung des Detektoraufbaus gemäß

$$\Delta E_{\rm FWHM} = 2\sqrt{2\ln 2} \left(\int_{0}^{\infty} {\rm SNR}^2(f) \, {\rm d}f \right)^{-\frac{1}{2}}$$
(4.9)

berechnet werden.

Meist ist durch die Anwendung, für die ein magnetisches Kalorimeter konzipiert wird, die Geometrie des Absorbers fest vorgegeben, um eine gewisse Detektionsfläche bei einer bestimmten Absorptionswahrscheinlichkeit abzudecken. Andere Größen wie zum Beispiel die Geometrie des Sensors oder die Konzentration der darin enthaltenen magnetischen Momente sind für die Anwendung hingegen meist nicht von Bedeutung. Wie in diesem und im vorherigen Kapitel gezeigt wurde, sind die Antwort des Detektors auf einen Energieeintrag sowie die einzelnen Rauschbeiträge gut verstanden, so dass die auf Basis der bekannten Detektorparameter eine präzise Vorhersage der Energieauflösung gemacht werden kann. Gleichermaßen war es bei der Entwicklung des in dieser Arbeit beschriebenen magnetischen Kalorimeters dadurch möglich, die nicht fest vorgegebenen Parameter so zu wählen, dass eine möglichst gute Energieauflösung erreicht werden kann. Da die meisten Größen an mehreren Stellen in die Berechnungen eingehen, wurden numerische Methoden verwendet, um die optimale Kombination der Detektorparameter zu bestimmen.

4.1.3 Optimale Detektorgeometrie und Betriebsparameter

Um eine hohe Absorptionswahrscheinlichkeit für Röntgenphotonen bis 200 keV zu erreichen, wurde für das in dieser Arbeit entwickelte magnetische Kalorimeter ein Röntgenabsorber aus Gold mit einer Dicke von 200 µm und einer Fläche von 1 mm² gewählt. Die Abklingzeit der Signale sollte bei der angestrebten Arbeitstemperatur von 30 mK etwa 8 ms betragen und kann über die thermische Ankopplung des Temperatursensors an das Wärmebad eingestellt werden. Aufgrund der Tatsache, dass kommerziell erhältliche SQUID-Magnetometer und zugehörige Elektroniken verwendet werden, sind deren Parameter nur durch die Wahl eines anderen Bauteils variierbar. Somit handelt es sich bei den freien Größen des Detektors um die Fläche $A_{\rm s}$ und Höhe $h_{\rm s}$ des paramagnetischen <u>Au</u>:Er-Sensors, um die darin enthaltene Erbium-Konzentration $x_{\rm Er} = N_{\rm Er}/(N_{\rm Au} + N_{\rm Er})$, die Breite w der Streifen der mäanderförmigen Detektionsspule sowie deren Mitte-zu-Mitte-Abstand p. Die von der Detektionsspule abgedeckte Fläche entspricht der des Sensors, während die Höhe der Streifen herstellungsbedingt auf 400 nm und die der Isolationsschicht zwischen Detektionsspule und Au: Er-Sensor auf 200 nm festgelegt wurden. Des Weiteren kann während des Betriebs die Energieauflösung des Kalorimeters durch den magnetfelderzeugenden Dauerstrom I_0 in der Detektionsspule und durch die Wahl der Arbeitstemperatur T beeinflusst werden. Für den letzten Parameter gilt grundsätzlich, dass sich die Energieauflösung verbessert, je kälter der Detektor ist. Allerdings können aufgrund des verwendeten Kryostaten und der Leistungsdissipation der SQUIDs nicht beliebig niedrige Temperaturen erreicht werden. Außerdem nimmt die Abklingzeit des Signals bei Verringerung der Temperatur zu, so dass sich bei zu hohen Ereignisraten die einzelnen Signale zeitlich überlappen könnten.

Mit diesen Vorgaben und einer angenommenen Betriebstemperatur von 30 mK wurden die freien Größen des Detektors in einer numerischen Simulation variiert und zu jeder Parameterkombination die zuvor beschriebenen Rauschbeiträge sowie die Punktantwortfunktion numerisch berechnet. Diese Berechnungen wurden für die Verwendung zweier möglicher SQUID-Magnetometer, deren Eigenschaften in Kapi-

	absolutes Optimum		$A_{\rm s} = A_{\rm a}$	
SQUID	C4XS116W	C6X114W	C4XS116W	C6X114W
As	$1,64\mathrm{mm^2}$	$0,42\mathrm{mm^2}$	$1\mathrm{mm}^2$	$1\mathrm{mm}^2$
$h_{\rm s}$	$4,1\mu\mathrm{m}$	$4,5\mu m$	$3,7\mu\mathrm{m}$	$3,4\mu{ m m}$
$x_{\rm Er}$	$332\mathrm{ppm}$	$736\mathrm{ppm}$	$567\mathrm{ppm}$	$607\mathrm{ppm}$
w	6 µm	$6\mu{ m m}$	$4,\!25\mu\mathrm{m}$	$6\mu{ m m}$
p	10 µm	$10\mu{ m m}$	10 µm	$10\mu{ m m}$
I_0	99 mA	$132\mathrm{mA}$	98 mA	$105\mathrm{mA}$
$\Delta E_{\rm FWHM}$	$34,8\mathrm{eV}$	$33,7\mathrm{eV}$	$34,8\mathrm{eV}$	$36,0\mathrm{eV}$
$d\Phi/dE$	$2,21\mathrm{m}\Phi_0/\mathrm{keV}$	$3,04\mathrm{m}\Phi_0/\mathrm{keV}$	$2,55\mathrm{m}\Phi_0/\mathrm{keV}$	$2,35\mathrm{m}\Phi_0/\mathrm{keV}$
$\delta\Phi_{ m S}/\delta\Phi$	1,00%	$2,\!32\%$	$1,\!11\%$	$1,\!15\%$

Tab. 4.1 Optimale Parameter und resultierende Vorhersagen für die Energieauflösung, die Signalgröße und die Fluss-zu-Fluss-Konversion von magnetischen Kalorimetern mit zwei parallel geschalteten, mäanderförmigen Detektionsspulen, die jeweils einen <u>Au</u>:Er-Sensor und einen 2000 μ m · 200 μ m großen Röntgenabsorber aus Gold besitzen, bei einer Betriebstemperatur von 30 mK. Eine Erläuterung der verschiedenen Randbedingungen erfolgt im Text.

tel 5.6 diskutiert werden, durchgeführt. Die Kombinationen der freien Detektorparameter, für die die besten Energieauflösungen zu erwarten sind, sind in den ersten beiden Spalten von Tabelle 4.1 dargestellt. In beiden Fällen liegt die vorhergesagte Energieauflösung bei etwa 34 eV.

In der für die Verwendung des SQUIDs C6X114W optimalen Detektorgeometrie deckt der Sensor eine kleinere Fläche ab als der Röntgenabsorber. Dies bedeutet, dass der Absorber in diesem Falle über den Sensor hinausragt ohne das Substrat, auf dem der Detektor strukturiert wird, zu berühren. Zu dem Zeitpunkt, zu dem das hier diskutierte magnetische Kalorimeter entwickelt wurde, existierte zwar ein Fertigungsprozess, um freistehende Röntgenabsorber mit einer Dicke bis etwa 7 µm herzustellen [Pab08, Fle09], allerdings konnte dieser nicht für die Fabrikation von mit 200 µm wesentlich dickeren Goldschichten angewandt werden.

Bei Optimierung bezüglich des alternativen SQUID-Magnetometers C4XS116W fällt die optimale Sensorfläche größer aus als die des Röntgenabsorbers. Eine Vervielfältigung eines solchen Detektors, wie sie in der späteren Anwendung zur Vergrößerung der aktiven Detektionsfläche benötigt wird, führt aufgrund der großen Sensorfläche zwangsläufig zu großen Abständen zwischen den einzelnen Absorbern und damit zu einer schlechten Ausfüllung der Detektionsfläche.

Aus diesen beiden Gründen wurde für die letztendlich gewählte Geometrie des hier entwickelten Detektors auf eine optimale Anpassung der Sensorfläche verzichtet und diese stattdessen mit der Fläche des Röntgenabsorbers gleichgesetzt. Wie aus der dritten und vierten Spalte der Tabelle hervorgeht, hat dies bei Variation der



Abb. 4.2 Schematische Darstellung des entwickelten Detektorchips. Die unterschiedlichen Farben entsprechen den verschiedenen mikrostrukturierten Lagen des Detektors. Detailansichten der schwarz umrandeten Bereiche sind in Abbildung 4.3 dargestellt.

übrigen Größen und der Verwendung des C4XS116W-SQUIDs keinen nennenswerten Einfluss auf die zu erreichende Energieauflösung. Bei Nutzung des SQUIDs vom Typ C6X114W verschlechtert sich die Energieauflösung nur um etwa 7%.

4.2 Entwurf des entwickelten magnetischen Kalorimeters

Basierend auf den Ergebnissen der Optimierungsrechnungen, die in Abschnitt 4.1.3 vorgestellt wurden, wurde ein Röntgendetektor entwickelt, der sich aus vier identischen, gradiometrisch aufgebauten metallischen Kalorimetern zusammensetzt. Abbildung 4.2 zeigt in der Draufsicht eine Skizze des resultierenden Chips, der eine Größe von $6,8 \text{ mm} \cdot 5 \text{ mm}$ besitzt. Um einige Strukturen besser zu erkennen, ist in der Skizze eines der Pixel ohne <u>Au</u>:Er-Sensor und Röntgenabsorber dargestellt. Detailansichten der umrandeten Bereiche sind in Abbildung 4.3 zu sehen. Die unterschiedlichen Lagen sind wie in der Legende angedeutet farblich gekennzeichnet. Außerdem ist in Abbildung 4.4 ein Foto eines der produzierten Chips dargestellt.

Ein großer Anteil des Chips wird durch die acht mäanderförmigen Detektionsspulen (A) bedeckt, wobei jeweils zwei benachbarte Spulen eine geschlossene supraleiten-



Abb. 4.3 Detailansichten eines der magnetischen Kalorimeter des Detektorchips aus Abbildung 4.2.

de Schleife bilden. Jeder Mäander besteht aus zweihundert Streifen mit einer Breite von 6 µm, einer Länge von 500 µm und einem Mitte-zu-Mitte-Abstand von 10 µm. Zur Einspeisung des felderzeugenden Dauerstroms dienen die Kontaktflächen B am linken Rand des Chips. Je nachdem, welche der Flächen kontaktiert werden, ist es möglich, den Strom in jede Detektionsspule unabhängig einzuprägen oder mehrere in Serie zu schalten und somit gleichzeitig mit dem Dauerstrom zu präparieren.

Am unteren Rand des Chips sind die Kontaktflächen © zu sehen, über die mittels Aluminium-Bonddrähten die Verbindung zu den Einkoppelspulen der SQUIDs hergestellt wird. Um die Streuinduktivität der Leiterbahnen, die zu diesen Kontaktflächen führen, möglichst gering zu halten, sind diese im Vergleich zu den Streifen der Detektionsspule sehr breit ausgeführt und verlaufen in geringem Abstand zueinander. Zusätzlich werden die Leitungen durch supraleitende Streifen D in der zweiten Nioblage abgedeckt. Wie aus der Skizze in Abbildung 3.4c hervorgeht, ist es an einer Stelle dieser Leitungen nötig, die Leitungsbahn, mit der die beiden Detektionsspulen verbunden werden, zu kreuzen. Dies wird durch zwei supraleitendes Vias (E) zwischen erster und zweiter Nioblage und eine Brücke in der zweiten Nioblage (F) realisiert.

Die zur Präparation des felderzeugenden Stroms benötigten Dauerstromschalter (siehe Abschnitt 6.4) werden durch einen aus 75 nm dickem AuPd bestehenden Heizwiderstand G von etwa 25 Ω realisiert, der auf einer Leiterbahn der supraleitenden Detektionsspule platziert wird, aber galvanisch durch eine Isolationslage von dieser getrennt ist. Zur Kontaktierung des Widerstands dienen in der zweiten Nioblage



Abb. 4.4 Foto eines produzierten Chips der hier beschriebenen Geometrie. Der Einschub zeigt eine Rasterelektronenmikroskop-Aufnahme der Röntgenabsorber.

ausgeführte Leitungen 🕀 und die Kontaktflächen 🛈 am rechten Rand des Chips. Je nach Kontaktierung ist es hier wiederum möglich jeden Heizwiderstand einzeln oder mehrere in Serie zu betreiben.

Jede Detektionsspule ist von einer geschlossenen supraleitenden Bahn ① umgeben. Aufgrund des Effekts der magnetischen Flusserhaltung dient diese Konstruktion der Abschirmung magnetischer Störfelder.

Die paramagnetischen Temperatursensoren aus <u>Au</u>:Er \bigotimes werden mit einer Fläche von 500 µm · 2000 µm auf den mäanderförmigen Detektionsspulen strukturiert und von den Röntgenabsorbern aus Gold bedeckt. Am oberen Rand der <u>Au</u>:Er-Struktur wird diese auf einer Breite von 300 µm und einer Länge von 200 µm fortgesetzt und kontaktiert eine T-förmige Struktur aus 1 µm dickem Gold \boxdot . Deren breites Ende kann mittels Gold-Drähten mit dem als Wärmebad fungierenden Chipträger verbunden werden (siehe Kapitel 6.2). Die Geometrie dieser thermischen Verbindung ist so konzipiert, dass mit den in der letzten Spalte von Tabelle 4.1 angegebenen Parametern bei einer Temperatur von 30 mK eine Abklingzeit des Detektorsignals von $\tau_1 \approx 8$ ms erzielt wird.

Der Abstand zwischen den einzelnen Röntgenabsorbern beträgt 55 µm, wodurch innerhalb dieser aus acht Pixeln bestehenden Detektorzeile 91 % der Gesamtfläche als aktive Detektionsfläche zur Verfügung steht.

Bei den links und rechts der Detektorzeile befindlichen Elementen M handelt es sich um Strukturen, die bei der Herstellung eine Ausrichtung der einzelnen Lagen zueinander mit einer Genauigkeit von bis zu 1 µm ermöglichen. Beim Betrieb des Kalorimeters erfüllen diese Strukturen sowie die am Rand befindlichen Bahnen N, die zur Anodisierung der Niob-Oberfläche und zur galvanischen Abscheidung der Absorber (siehe Abschnitt 4.3) benötigt werden, keine Funktion mehr.

4.3 Herstellung der Detektoren

Das in Abschnitt 4.2 vorgestellte magnetische Kalorimeter setzt sich aus insgesamt acht verschiedenen Schichten zusammen, die sukzessive auf ein Substrat aufgebracht wurden. Die Deposition der unterschiedlichen Lagen erfolgte über Kathodenzerstäubungsprozesse oder über galvanische Abscheidung. Deren Strukturierung wurde unter Verwendung von UV-Lithographie und mittels nass-chemischem Ätzen oder über Lift-off-Techniken erreicht. Eine ausführliche Beschreibung der verwendeten Mikrostrukturierungstechniken findet sich zum Beispiel in [Pie08], [Pab08] und wird im Folgenden zusammengefasst. Da die Strukturen der magnetischen Kalorimeter Ausdehnungen von nur einigen Mikrometern besitzen, erfolgte zur Reduktion der durch Verunreinigungen bedingten Produktionsfehler die gesamte Lithographie und Strukturierung sowie die meisten Depositionsschritte in einem Reinraum der Klasse ISO 5.

Für die Kathodenzerstäubung stand zum einen ein System vom Typ Alcatel SCM 601 zur Verfügung, welches sich außerhalb des Reinraums befindet. Die Anlage besitzt einen Basisdruck von etwa $5 \cdot 10^{-7}$ mbar und erlaubt den Einsatz von bis zu vier unterschiedlichen Target¹-Materialien zur Herstellung von Mehrschichtstrukturen ohne zwischenzeitliches Öffnen der Prozesskammer. Des Weiteren ist es in dieser Anlage möglich mittels einer sogenannten rf-Sputterkanone elektrisch isolierende Materialien abzuscheiden.

Das zweite verfügbare Kathodenzerstäubungssystem stammt von der Firma DCA Instruments² und befindet sich innerhalb des Reinraums. Es handelt sich hierbei um eine Ultrahochvakuum-Anlage mit einem Basisdruck von etwa $2 \cdot 10^{-9}$ mbar in der Prozesskammer, welche über eine auf etwa 10^{-6} mbar evakuierbare Schleuse mit dem zu beschichtenden Substrat beladen wird. Die Anlage ist mit vier dc- und einer rf-Sputterkanone ausgestattet. Zwei der Kanonen können gegeneinander verkippt werden, um zwei verschiedene Materialien gleichzeitig auf das Substrat abzuscheiden.

¹Der Begriff *Target* bezeichnet das während der Kathodenzerstäubung eingesetzte Vollmaterial, das mit Argon-Ionen beschossen wird, um einzelne Atome oder Atomgruppen herauszuschlagen und in die Gasphase zu überführen.

²DCA Instruments Oy, Vajossuonkatu 8, 20360 Turku, Finnland, www.dca.fi.

Diese beiden Kanonen sind mit einem isotopenangereicherten <u>Au</u>:Er-Target mit einer Erbium-Konzentration von 855 ppm und einem hochreinen Gold-Target ausgestattet und erlauben über Variation der relativen Depositionsraten eine Verdünnung der Erbium-Konzentration in der aufgebrachten Schicht auf nahezu beliebige Werte. Zwei unterschiedliche Substratpositionen ermöglichen es, das Substrat während der Deposition zum Ausgleichen von Schichtdickenvariationen mit etwa 5 U/min um seine Achse zu rotieren sowie dessen Temperatur im Bereich von 15 °C bis 600 °C zu variieren. In der Schleuse der Anlage ist eine Ionenkanone installiert, mit der das Substrat vor der Deposition der jeweiligen Schicht von Lackresten und anderen Verunreinigungen gesäubert werden kann.

Die lithographischen Prozessschritte wurden mit einem UV-Belichter vom Typ Süss MJB3³ durchgeführt. Als UV-Masken dienten $10 \text{ cm} \cdot 10 \text{ cm}$ große, mit Chrom beschichtete Kalk-Natron-Glasscheiben⁴, die selbst wiederum mithilfe eines UV-Laser-Lithographen des Modells DWL 66⁵ strukturiert wurden.

Als Substrat diente ein einseitig polierter Saphir-Wafer⁶ mit einem Durchmesser von 5 cm und einer Dicke von $430 \,\mu\text{m}$, der Raum für 34 Detektorchips⁷ bietet.

Die erste Lage, die unter Verwendung der DCA-Kathodenzerstäubungsanlage auf den Wafer aufgebracht wurde, besteht aus einer 400 nm dicken Niob-Schicht. Die Strukturierung dieser Schicht erfolgte unter Verwendung des Fotolacks AZ 5214 E^8 mittels nass-chemischen Ätzens in einer aus Flusssäure (HF), Salpetersäure (HNO₃) und Wasser (im Verhältnis 1 : 6 : 10) bestehenden Lösung. Die Strukturen in der ersten Lage beinhalten die mäanderförmigen Detektionsspulen und einen Großteil der elektrischen Zuleitungen und Verbindungen.

Zur elektrischen Isolation der Niob-Strukturen von den folgenden metallischen Lagen wurde durch einen Anodisierungsprozess die Niob-Oberfläche oxidiert. Hierzu wurde eine Lösung aus Ethylenglykol ($C_2H_6O_2$), Wasser und Ammonium-Pentaborat ($(NH_4)B_5O_8$) im Verhältnis 25 : 19 : 4 verwendet und das Niob im Vergleich zu einer Referenzelektrode auf einem positiven Potenzial von 25 V gehalten, wodurch an der Oberfläche eine 50 nm dicke Schicht aus Nb₂O₅ entstand. Um die Spannungsver-

³Süss MicroTec AG, Schleissheimer Straße 90, 85748 Garching, www.suss.com.

 ⁴Clean Surface Technology Inc., 3-20-29, Omagari, Samukawamachi, 253-0113 Koza-Gun, Japan.
 ⁵Heidelberg Instruments Mikrotechnik GmbH, Tullastraße 2, 69126 Heidelberg, www.himt.de.

⁶CrysTec GmbH, Köpenicker Straße 325, 12555 Berlin, www.crystec.de.

⁷Neben dem in Abschnitt 4.2 vorgestellten Entwurf existieren zwei weitere Chips, die sich nur durch deren Größe $(12 \text{ mm} \cdot 5 \text{ mm} \text{ bzw. } 4,6 \text{ mm} \cdot 5 \text{ mm})$ und die räumliche Verteilung der Kontaktierungsflächen unterscheiden.

⁸Alle Fotolacke mit der Typbezeichnung AZ...: Entwicklung und Herstellung AZ Electronic Materials Services Ltd, 1 Furzeground Way, Stockley Park UB11 1BD, Großbritannien, www.azem.com. Vertrieb durch MicroChemicals GmbH, Nicolaus-Otto-Straße 39, 89079 Ulm, www.microchemicals.de.

sorgung während des Anodisierens zu ermöglichen, sind alle Niob-Strukturen mit in der gleichen Lage erzeugten Leiterbahnen verbunden, die entlang der Kanten der einzelnen Chips den gesamten Wafer durchziehen und am Waferrand mit einer Spannungsquelle kontaktiert wurden. Die Trennung der resultierenden elektrischen Kurzschlüsse erfolgte bei der späteren Zerlegung des Wafers in einzelne Chips. Eine strukturierte Lackschicht aus AZ 5214 E verhinderte während des Anodisierens, dass die Kontaktflächen am Rand der Chips sowie die Vias, die einen elektrischen Kontakt zu der zweiten Niob-Lage herstellen sollen, oxidiert werden.

Als zusätzliche Isolation zu den folgenden Lagen wurde eine 200 nm dicke Schicht aus SiO_2 mittels Kathodenzerstäubung im Alcatel-System auf das Substrat aufgebracht und durch einen Lift-off-Prozess unter Verwendung von AZ 5214 E strukturiert, wobei die gleiche lithographische Maske wie bei dem vorherigen Anodisierungsprozess zum Einsatz kam.

Die Strukturierung der für den Dauerstromschalter benötigten Heizwiderstände erfolgte in der dritten Lage. Diese wurde wiederum in der Alcatel-Anlage hergestellt und besteht aus einer 75 nm dicken Schicht einer Legierung aus Gold und Palladium. Um die Haftung der AuPd-Schicht zu dem darunterliegenden SiO₂ zu verbessern, wurde zuvor ein etwa 5 nm dicker Titan-Film aufgebracht⁹. Zur Strukturierung der aufgebrachten Schicht wurde erneut ein Lift-off-Prozess unter Einsatz von AZ 5214 E verwendet.

Es folgte nun eine zweite, 400 nm dicke Niob-Lage, welche die elektrischen Zuleitungen zu den AuPd-Heizwiderständen, die zur Reduktion der Streuinduktivität dienenden Abdeckungen der Leiterbahnen zur Einkoppelspule des SQUIDs, sowie die magnetischen Abschirmungen in Form von supraleitenden Rahmen um die Detektionsspulen beinhaltet. Per Lift-off-Prozess unter Verwendung von AZ 5214 E wurde die in der DCA-Anlage hergestellte Schicht strukturiert.

Eine weitere SiO_2 -Schicht, die wiederum mittels Kathodenzerstäubung und Liftoff erzeugt wurde, fungiert als elektrische Isolation zwischen der zweiten Niob-Lage und den folgenden Gold- und <u>Au</u>:Er-Strukturen.

Die sechste Lage beinhaltet die T-förmigen Strukturen aus Gold, die der thermischen Ankopplung der paramagnetischen Sensoren an das Wärmebad dienen. Außerdem wurde in dieser Lage ein entlang der Chipkanten verlaufendes Leitungsnetz erzeugt, dass später bei der galvanischen Abscheidung der Röntgenabsorber benötigt wurde. Die Goldschicht besitzt eine Dicke von 1 µm und wurde in der DCA-Ultrahochvakuum-Anlage produziert, wobei ein zuvor aufgebrachter, 2 nm dicker Niob-Film hierbei die Funktion des Haftvermittlers zur darunter liegenden Schicht

⁹Aufgrund der geringen Dicke des Films ist die Supraleitung in diesem Material durch den Proximity-Effekt vermutlich unterdrückt.

übernimmt. Bei dem zur Strukturierung verwendeten Lift-off-Prozess kam bei dieser Lage der Fotolack AZ 6632 zum Einsatz, da dieser sich für solch hohe Schichtdicken besser eignet als AZ 5214 E.

Die Herstellung der paramagnetischen Temperatursensoren erfolgte in der siebten Lage. Hierzu wurde ein in dem DCA-System eingebautes isotopenangereichertes Au:Er-Target mit einer Erbium-Konzentration von 855 ppm verwendet. Wie zuvor beschrieben, kann der Erbium-Anteil in der Schicht durch gleichzeitiges Abscheiden von dem Au: Er- und dem Gold-Target nahezu beliebig reduziert werden. Die in Kapitel 4.1.3 durchgeführten Berechnungen empfehlen eine Au:Er-Schichtdicke von 3,4 µm bei einer Erbium-Konzentration von 607 ppm. Bei der Produktion der in dieser Arbeit diskutierten Detektoren wurde jedoch auf die Beimischung von Gold zugunsten des Materialverbrauchs verzichtet und stattdessen eine <u>Au</u>: $Er_{855 ppm}$ -Schicht mit einer Dicke von 2,4 µm erzeugt, da dadurch keine nennenswerte Verschlechterung der Energieauflösung zu erwarten war. Jedoch wurde hierbei nicht berücksichtigt, dass die thermische Ankopplung der Temperatursensoren an das Wärmebad ebenfalls teilweise durch die <u>Au</u>:Er-Struktur gegeben ist, weshalb es wie in Kapitel 7.4.1 dargestellt aufgrund der geringeren Schichtdicke zu einer größeren Abklingzeit des Detektorsignals als ursprünglich geplant kommt. Die Strukturierung der deponierten Schicht erfolgte wiederum über einen Lift-off-Prozess, in diesem Falle unter Verwendung des Negativ-Fotolacks AZ nLOF 2070. Wie bei der zuvor aufgebrachten Gold-Lage wird die mechanische Haftung zum Substrat durch einen 2 nm dicken Niob-Film gewährleistet. Die Au:Er-Schicht wurde mit einer 100 nm dicken Niob-Schicht überzogen, die bei dem folgenden Produktionsschritt, der Herstellung der Röntgenabsorber aus Gold, benötigt wurde.

Abschließend folgte in der achten Lage die Herstellung der Röntgenabsorber aus Gold. Da die gewünschte Schichtdicke von 200 µm mittels Kathodenzerstäubung mit einem sehr hohen Materialverbrauch und Zeitaufwand einhergehen würde, wurde für die Erzeugung dieser Lage stattdessen ein galvanischer Abscheidungsprozess etabliert. Neben den zuvor genannten offensichtlichen Argumenten besitzen galvanisch abgeschiedene Schichten den Vorteil, dass deren Kristallstruktur besser ausgeprägt ist als die in mittels Kathodenzerstäubung produzierten Strukturen, was zu einem höheren Restwiderstandsverhältnis und damit zu einer höheren thermischen Leitfähigkeit bei tiefen Temperaturen führt. Für die Herstellung der Röntgenabsorber wurde der sulfit-basierende Gold-Elektrolyt AGC MicroVision¹⁰ mit einem Gold-Gehalt von 17 g/l verwendet. Zur Formgebung der aufwachsenden Gold-Strukturen kam der Negativ-Fotolack SU-8 100¹¹ zum Einsatz, der in einer etwa 250 µm hohen

 $^{^{10}}$ Wieland Dental + Technik Gmb
H & Co. KG, Schwenninger Straße 13, 75179 Pforzheim, www.wieland-dental.de.

¹¹Entwicklung und Herstellung MicroChem Corp., 90 Oak Street, Newton, MA 02464, USA, www.microchem.com. Vertrieb durch Micro Resist Technology GmbH, Köpenicker Straße 325,

Schicht auf den Wafer aufgebracht und mittels UV-Lithographie strukturiert wurde. Als Keimschicht für das abgeschiedene Gold fungierten die bereits strukturierten <u>Au</u>:Er-Sensoren, die über das in der sechsten Lage produzierte Leitungsnetz miteinander elektrisch verbunden waren und mit einer Stromquelle kontaktiert wurden. Die auf dem <u>Au</u>:Er befindliche Niob-Schicht diente als Opferlage und wurde vor der galvanischen Abscheidung nass-chemisch mit der zur Strukturierung der ersten Niob-Lage verwendeten HF : HNO₃ : H₂O-Ätzlösung entfernt, um eine möglichst saubere Oberfläche zu erhalten. Die Wahl des Opfermaterials fiel hierbei auf Niob, da dies im Gegensatz zu den meisten anderen verfügbaren Materialien an der Grenzfläche keine Legierung mit dem darunterliegenden Gold eingeht und sich somit restlos wieder entfernen lässt. Die galvanische Abscheidung erfolgte bei einer Stromdichte von 5 mA/cm², was einer Depositionsrate von 317 nm/min und somit einer Gesamtdauer von 7 Stunden und 22 Minuten entspricht.

12555Berlin, www.microresist.de.

5. Magnetometer

Um die in der Detektionsspule des Detektors durch Absorption eines Photons erzeugte magnetische Flussänderung nachzuweisen, bietet sich die Verwendung von SQUID¹-Magnetometern an. Für den in dieser Arbeit behandelten experimentellen Aufbau wurden ausschließlich dc-SQUID-Magnetometer, also SQUIDs mit zwei Josephson-Kontakten, verwendet. Daher soll sich dieses Kapitel nur mit SQUIDs dieses Typs beschäftigen. Eine ausführliche Beschreibung und theoretische Behandlung von Josephson-Kontakten und SQUIDs findet sich zum Beispiel in [Wei96] oder [Cla04].

5.1 dc-SQUID-Magnetometer

Ein dc-SQUID-Magnetometer besteht aus zwei parallel geschalteten supraleitenden Leitungen, die jeweils an einer Stelle durch einen nichtleitenden, sogenannten Josephson-Kontakt unterbrochen sind. Um hysteretische Effekte zu vermeiden, befindet sich parallel zu jedem Josephson-Kontakt ein sogenannter Shunt-Widerstand [Wei96]. Abbildung 5.1a zeigt eine Schemazeichnung eines solchen geshunteten dc-SQUIDs.

Ohne die Josephson-Kontakte wäre der magnetische Fluss, der die durch die beiden supraleitenden Pfade eingeschlossene Fläche durchsetzt, als ganzzahliges Vielfaches des magnetischen Flussquants $\Phi_0 = h/2e = 2,07 \cdot 10^{-15}$ V s quantisiert und, solange die Supraleitung nicht unterbrochen wird, konstant. Die Josephson-Kontakte erlauben jedoch, das magnetischer Fluss in die eingeschlossene Fläche eindringen und aus dieser austreten kann.

Treibt man durch das SQUID einen kleinen Betriebsstrom $I_{\rm b}$, so fließt dieser ohne Spannungsabfall über beide Josephson-Kontakte, da die Cooper-Paare kohärent durch die Barrieren tunneln können. Allerdings ist dies nur bis zu einer kritischen Stromstärke $I_{\rm c}$ möglich. Bei höheren Strömen verlieren die Cooper-Paare ihre Kohärenz. Quasiteilchen, also aufgebrochene Cooper-Paare, können jedoch weiterhin durch die Josephson-Kontakte tunneln, allerdings führt dies zu einem Spannungsabfall über den Kontakten und damit über dem gesamten SQUID. Der Wert des kritischen Stroms ist periodisch von dem magnetischen Fluss Φ abhängig, der die durch die beiden supraleitenden Pfade eingeschlossene Fläche durchsetzt. Übersteigt der Betriebsstrom $I_{\rm b}$ den kritischen Strom $I_{\rm c}$, so fließt auch Strom über die parallel

¹Englisches Akronym für Superconducting \mathbf{Qu} antum Interference Device.



Abb. 5.1 dc-SQUID. a) Schematische Darstellung. b) Strom-Spannungs-Charakteristik für einen magnetischen Fluss von $\Phi = n\Phi_0$ beziehungsweise $\Phi = (n + 1/2) \Phi_0$ im SQUID. c) Spannungsabfall über dem SQUID bei einem konstanten Betriebsstrom von 31 µA als Funktion des magnetischen Flusses.

zu den Josephson-Kontakten geschalteten Shunt-Widerstände und der Spannungsabfall über dem SQUID nähert sich mit steigendem Strom $I_{\rm b}$ asymptotisch einem ohmschen Verhalten an.

Abbildung 5.1b zeigt den Spannungsabfall über dem SQUID als Funktion des Betriebsstroms für die beiden Extremfälle $\Phi = n\Phi_0$ und $\Phi = \left(n + \frac{1}{2}\right)\Phi_0$. In Abbildung 5.1c ist die daraus folgende periodische Abhängigkeit des Spannungssignals vom magnetischen Fluss dargestellt, wenn das SQUID mit einer Stromstärke $I_{\rm b} > I_{\rm c}(n\Phi_0)$ betrieben wird. Somit fungiert das SQUID bei einem solchen Betriebsstrom als Fluss-Spannungs-Wandler. Letztendlich lässt sich mit einem SQUID jede physikalische Größe, die eine magnetische Flussänderung in der SQUID-Schleife erzeugt, in ein Spannungssignal umsetzen. Dazu gehören zum Beispiel elektrischer Strom und Spannung, Magnetfeldstärke oder die räumliche Verschiebung eines metallischen oder supraleitenden Körpers. Im Falle der in dieser Arbeit beschriebenen Anwendung dient das SQUID als Flussverstärker. Dabei verursacht der durch eine Flussänderung $\delta \Phi$ im magnetischen Kalorimeter erzeugte Signalstrom I (siehe Kapitel 3) über eine Einkoppelspule eine Flussänderung $\delta \Phi_{\rm S} = M_{\rm in} I \propto \delta \Phi$ im SQUID. Mit $M_{\rm in} = k \sqrt{L_{\rm in} L_{\rm s}}$ ist hier die Gegeninduktivität zwischen Einkoppelspule und SQUID bezeichnet, wobei $k \lesssim 1$ deren Kopplung und $L_{\rm in}$ und $L_{\rm S}$ den jeweiligen Induktivitäten entsprechen.

Die Steigung $V_{\Phi} = \partial U/\partial \Phi$ der Spannungs-Fluss-Charakteristik wird als Transferkoeffizient des SQUIDs bezeichnet und gibt an, wie sensitiv das SQUID auf Schwankungen des magnetischen Flusses reagiert. Eine kleine Änderung des magnetischen Flusses um $\delta \Phi$ erzeugt somit eine Spannungsänderung $\delta U = V_{\Phi}(\Phi)\delta \Phi$. Der Trans-



Abb. 5.2 Schematische Darstellung einer Flux-Locked-Loop-Schaltung zur Linearisierung des SQUID-Signals inklusive eines damit verbundenen magnetischen Kalorimeters.

ferkoeffizient ist bei einem magnetischen Fluss von $\Phi \approx (n \pm \frac{1}{4}) \Phi_0$ maximal und besitzt dort einen Wert von $V_{\Phi} \approx R/L_{\rm S}$, wobei R die Größe der Shunt-Widerstände und $L_{\rm S}$ die Induktivität der SQUID-Schleife bezeichnet [Cla04].

Wie man aus Abbildung 5.1c erkennt, ist der Bereich, in dem die Spannung über dem SQUID linear oder zumindest monoton von dem magnetischen Fluss abhängig ist, mit $\delta \Phi_{\text{max}} \approx \pm \Phi_0/4$ relativ klein. Um diesen Arbeitsbereich zu vergrößern, wurde hier eine sogenannte Flux-Locked-Loop-Elektronik verwendet. Diese wird im folgenden Abschnitt näher beschrieben.

5.2 Linearisierung des SQUID-Signals

Die periodische Fluss-Spannung-Charakteristik des SQUIDs lässt sich in ein lineares Ausgangssignal transformieren, in dem man den magnetischen Fluss im SQUID durch eine Rückkoppelelektronik auf einen festen Wert stabilisiert, an dem der Transferkoeffizient möglichst groß ist. Hierzu benötigt man eine zusätzliche Spule in der Nähe der SQUID-Schleife, die es erlaubt, im SQUID einen zusätzlichen magnetischen Fluss zu erzeugen, der gerade die zu detektierende Flussänderung kompensiert, also ein magnetischer Fluss gleicher Amplitude aber entgegengesetzter Polarität. Um den zusätzlichen Fluss zu regeln wird zunächst die Spannung über dem SQUID mittels eines rauscharmen Differenzverstärkers vorverstärkt. Als Referenzpotential $U_{\rm b}$ dient hierbei die SQUID-Spannung an dem gewünschten Arbeitspunkt in der Fluss-Spannung-Kennlinie. Anschließend erzeugt ein Spannungsintegrator ein zum Ausgangssignal der Elektronik proportionales Spannungssignal, das über einen Rückkoppelwiderstand $R_{\rm fb}$ einen Strom durch die Rückkoppelspule treibt. In Abbildung 5.2 ist schematisch eine solche Flux-Locked-Loop-Schaltung dargestellt. Die Größe $M_{\rm fb}$ bezeichnet hierbei die Gegeninduktivität zwischen SQUID-Schleife und Rückkoppelspule. Die Ausgangsspannung U des Spannungsintegrators ist dementsprechend gemäß $\Phi_{\rm fb} = M_{\rm fb}U/R_{\rm fb}$ proportional zum Kompensationsfluss $\Phi_{\rm fb}$.

5.3 Rauschen eines dc-SQUIDs

Wie jeder andere ohmsche Widerstand erzeugen auch die parallel zu den Josephson-Kontakten geschalteten Shunt-Widerstände ein Stromrauschen, das durch die thermische Bewegung der Elektronen hervorgerufen wird. Dieses bewirkt ein weißes (also frequenzunabhängiges) Spannungsrauschen S_U über dem SQUID, das sich in ein magnetisches Flussrauschen $S_{\Phi_S} = S_U/V_{\Phi}^2$ übersetzen lässt. In [Tes77, Bru82] wurde dieses Rauschen für ein optimiertes SQUID mithilfe von Computersimulationen zu

$$S_{\Phi_{\rm S}} = \frac{16 \, k_{\rm B} T L_{\rm S}^2}{R} \tag{5.1}$$

berechnet, wobei die zeitliche Entwicklung der Phasendifferenz der Wellenfunktion an den Josephson-Kontakten sowie deren parasitäre Kapazitäten berücksichtigt wurden.

In der Literatur wird das Rauschen eines SQUIDs häufig auch mithilfe der sogenannten Energiesensitivität

$$\varepsilon_{\rm S} = \frac{S_{\Phi_{\rm S}}}{2L_{\rm S}} \tag{5.2}$$

in Einheiten des Planckschen Wirkungsquants h angegeben. Mittels dieser Größe erkennt man, dass sich das weiße SQUID-Rauschen, wie aus Gleichung 5.1 fälschlicherweise anzunehmen wäre, durch Verringern der Arbeitstemperatur nicht auf beliebig kleine Werte reduzieren lässt. Vielmehr kann aufgrund der Heisenbergschen Unschärferelation die Energiesensitivität nur Werte $\varepsilon_{\rm S} \gtrsim \hbar/2$ annehmen, wodurch in diesem quantenmechanischen Grenzfall die Leistungsdichte $S_{\Phi_{\rm S}}$ des magnetischen Flussrauschens nur noch linear von der Induktivität der SQUID-Schleife $L_{\rm S}$ abhängt.

Typische SQUID-Induktivitäten liegen im Bereich von 100 pH, während die Shunt-Widerstände Werte um 5 Ω annehmen. Für ein solches SQUID würde man somit bei einer Temperatur von 4,2 K ein weißes Rauschen von $\sqrt{S_{\Phi_{\rm S}}} \approx 0.6 \,\mu \Phi_0 / \sqrt{\text{Hz}}$ erwarten. Verringert man die Temperatur unter etwa 300 mK, würde das Rauschen allmählich dem quantenmechanischen Limit entgegenstreben.

Zusätzlich zu dem weißen Rauschen kann bei niedrigen Frequenzen ein frequenzabhängiger Rauschbeitrag beobachtet werden, der vermutlich Defekten in den



Abb. 5.3 Schematische Darstellung eines zweistufigen SQUID-Aufbaus mit Flux-Locked-Loop-Elektronik inklusive eines damit verbundenen magnetischen Kalorimeters.

Josephson-Kontakten und dem übrigen SQUID-Material zugeschrieben werden kann. Dieser Beitrag zum Rauschen weist eine Frequenzabhängigkeit $S_{\Phi_{\rm S}} \propto 1/f^{\alpha}$ mit $\alpha \approx 0.6 - 1$ auf, weshalb man von einem 1/f-Rauschen spricht.

5.4 Zweistufiger SQUID-Aufbau

In der in Abbildung 5.2 dargestellten Flux-Locked-Loop-Schaltung ist das scheinbare Flussrauschen des SQUIDs durch das Eingangsspannungsrauschen der bei Zimmertemperatur befindlichen Elektronik limitiert. Es ist daher sinnvoll, das Signal des SQUIDs bei tiefen Temperaturen rauscharm vorzuverstärken, bevor es an den Eingang des Differenzverstärkers weitergeleitet wird. Eine naheliegende Möglichkeit dies zu realisieren liegt in der Verwendung eines zusätzlichen dc-SQUIDs, wie in Abbildung 5.3 schematisch dargestellt. Hierbei erzeugt die magnetische Flussänderung $\Delta \Phi_1$ in dem ursprünglichen SQUID, im Folgenden als Detektor-SQUID bezeichnet, einen Spannungsabfall U_1 , der wiederum einen Strom $I_1 = U_1/R_g$ durch den Lastwiderstand R_g und die eingezeichnete Spule treibt. Diese dient als Einkoppelspule für das zweite, sogenannte Verstärker-SQUID. Somit bewirkt I_1 eine magnetische Flussänderung $\Delta \Phi_2 = M_{12}I_1$ im Verstärker-SQUID, wobei M_{12} die Gegeninduktivität zwischen der Einkoppelspule und der SQUID-Schleife des Verstärkers bezeichnet. Im Falle kleiner Signale im Detektor-SQUID erhält man somit eine Fluss-zu-Fluss-Verstärkung von $G_{\Phi} = \Delta \Phi_2 / \Delta \Phi_1$.

Anstelle eines einzelnen Verstärker-SQUIDs wurde im Rahmen dieser Arbeit eine

Serienschaltung mehrerer möglichst identischer SQUIDs verwendet. Diese verhalten sich, solange sie vom gleichen magnetische Fluss durchdrungen werden, wie ein einzelnes SQUID, wobei sich beim Einsatz von n SQUIDs (n = 14 beziehungsweise n = 16 für die in dieser Arbeit verwendeten SQUIDs) der Spannungsabfall über der Serienschaltung um einen Faktor n vergrößert. Der größte Vorteil eines solchen Serienschaltung liegt jedoch darin, dass das Rauschen nur um einen Faktor \sqrt{n} zunimmt. Somit lässt sich der relative Beitrag des Tieftemperaturverstärkers zum Gesamtrauschen des Aufbaus stark reduzieren.²

5.5 Rauschen eines zweistufigen SQUID-Aufbaus mit FLL-Elektronik

In einem zweistufigen SQUID-Aufbau wie in Abbildung 5.3, der mittels einer FLL-Elektronik ausgelesen wird, kann das scheinbare Flussrauschen des Detektor-SQUIDs wie folgt dargestellt werden:

$$S_{\Phi_{\rm S}} = S_{\Phi_{\rm S1}} + \frac{4k_{\rm B}TR_{\rm g}}{V_{\Phi_1}^2} + \frac{S_{\Phi_{\rm S2}}}{G_{\Phi}^2} + \frac{S_U}{V_{\Phi_2}^2 G_{\Phi}^2} \quad . \tag{5.3}$$

Der erste und dritte Term werden hierbei vom Flussrauschen des Detektor- beziehungsweise des Verstärker-SQUIDs verursacht und bestehen jeweils aus dem in Abschnitt 5.3 beschriebenen weißen Anteil und einem Anteil proportional zu 1/f. Der zweite Summand entspricht dem thermischen Rauschen des Lastwiderstands $R_{\rm g}$. Der Beitrag des Spannungsrauschens der Elektronik, die sich bei Raumtemperatur befindet, ist durch den letzten Summanden wiedergegeben. Da sich diese vier Rauschquellen an verschiedenen Positionen der Signalkette befinden, müssen diese mit der Fluss-zu-Fluss-Verstärkung G_{Φ} und den Transferkoeffizienten $V_{\Phi 1}$ und $V_{\Phi 2}$ skaliert werden, um als Beitrag zum scheinbaren Flussrauschen im Detektor-SQUID behandelt werden zu können.

5.6 Eigenschaften der verwendeten SQUID-Magnetometer

Um den in dieser Arbeit beschriebenen Detektor auszulesen, wurden vorrangig von der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt³ produzierte dc-SQUIDs verwendet. Es handelt sich hierbei um vollständig mikrofabrizierte integrierte zweistufige SQUIDs.

²Da sich die Serienschaltung in der Handhabung wie ein einzelnes SQUID verhält, wird im Verlauf dieser Arbeit bei der Wortwahl nicht explizit zwischen einem einzelnen Verstärker-SQUID und einer Serienschaltung von SQUIDs unterschieden.

³PTB, Abbestraße 2–12, 10587 Berlin, www.ptb.de.

		C4XS116W	C6X114W
Chipgröße		$3\mathrm{mm}\cdot 3\mathrm{mm}$	$3\mathrm{mm}\cdot 3\mathrm{mm}$
Kanäle pro Chip		1	2
Detektor-SQUID			
Induktivität der SQUID-Schleife	$L_{\rm S}$	$85\mathrm{pH}$	$115\mathrm{pH}$
Induktivität der Einkoppelspule	$L_{\rm in}$	$23,2\mathrm{nH}$	$1,6\mathrm{nH}$
Sensitivität Einkoppelspule	$1/M_{\rm in}$	$2,2\mu\mathrm{A}/\Phi_0$	$5,4\mu\mathrm{A}/\Phi_0$
Sensitivität Rückkoppelspule	$1/M_{\rm fb}$	$41,1\mu A/\Phi_0$	$45,3\mu{ m A}/\Phi_0$
Lastwiderstand	$R_{\rm g}$	$\lesssim 1 \Omega$	$\lesssim 1 \Omega$
Verstärker-SQUID			
SQUIDs in der Serienschaltung		16	14
Sensitivität Einkoppelspule	$1/M_{\rm in2}$	$22,5\mu\mathrm{A}/\Phi_0$	$25,3\mu\mathrm{A}/\Phi_0$
Sensitivität Rückkoppelspule	$1/M_{\rm fb2}$	$44,9\mu A/\Phi_0$	$50,6\mu\mathrm{A}/\Phi_0$
Rauschen			
Weißes Rauschen bei 4 K	$\sqrt{S_{\Phi_{\rm S},\rm w}}$	$0.6\mu\Phi_0/\sqrt{\mathrm{Hz}}$	$0,3\mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$
1/f-Rauschen bei 4 K und 1 Hz	$\sqrt{S_{\Phi_{\rm S},1/f}}$	$6\mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$	$3 \mu \Phi_0 / \sqrt{\text{Hz}}$

Tab. 5.1 Parameter der verwendeten SQUID-Magnetometer

Das heißt, Detektor- und Verstärker-SQUID befinden sich auf demselben Siliziumchip. Die verwendeten SQUIDs tragen die Typbezeichnung C4XS116W beziehungsweise C6X114W und unterscheiden sich im Wesentlichen durch die Induktivität der Einkoppelspule des jeweiligen Detektor-SQUIDs. Die wichtigsten Parameter dieser beiden SQUID-Typen sind in Tabelle 5.1 aufgelistet. Aufgrund der vergleichsweise kleinen benötigten Fläche sind auf dem $3 \,\mathrm{mm} \cdot 3 \,\mathrm{mm}$ großen Siliziumchip im Falle des C6X114W-SQUIDs zwei identische unabhängige SQUID-Kanäle untergebracht. Mit einem solchen Chip ließen sich also zwei Detektoren gleichzeitig auslesen. Das C4XS116W-SQUID hingegen besitzt zwischen Einkoppelspule und Detektor-SQUID einen zusätzlichen Transformator, um die stark unterschiedlichen Induktivitäten von Einkoppelspule und SQUID-Schleife besser aneinander anzupassen. Dieser Transformator deckt allerdings eine vergleichsweise große Fläche ab, sodass nur ein solcher SQUID-Aufbau auf dem Chip Platz findet. Es sollte angemerkt werden, dass es sich bei den in Tabelle 5.1 angegebenen Induktivitäten der Einkoppelspule und der Detektor-SQUID-Schleife sowie der entsprechenden Sensitivität für das C4XS116W-SQUID um effektive Werte handelt, in denen die Eigenschaften dieses Transformators bereits enthalten sind (siehe [Dru07]).

In beiden Fällen ist das Detektor-SQUID mit einer sogenannten Additional-Positive-Feedback-Schaltung ausgestattet. Diese besteht aus einer zusätzlichen Spule, die sich im Signalweg zwischen dem Lastwiderstand R_g und Einkoppelspule des Verstärker-SQUIDs befindet. Über diese Spule wird ein zusätzlicher magnetischer Fluss in das Detektor-SQUID eingekoppelt. Je nachdem, ob der Arbeitspunkt des SQUIDs auf der positiven oder der negativen Flanke der periodischen Fluss-Spannungs-Kennlinie gewählt wurde, besitzt der mit dieser Spule im Detektor-SQUID zusätzlich erzeugte Fluss die gleiche oder die inverse Polarität zu der nachzuweisenden äußeren Flussänderung. Somit wird die Gesamtänderung des magnetischen Flusses vergrößert, wenn der Arbeitspunkt auf der positiven Flanke der SQUID-Kennlinie definiert ist, beziehungsweise verringert für einen Arbeitspunkt auf der negativen Flanke. Die Fluss-Spannungs-Kennlinie wird dadurch asymmetrisch verzerrt, wobei die positive Flanke steiler und die negative Flanke flacher wird.

Um das SQUID-Signal zu linearisieren, wurde eine Elektronik vom Typ XXF-1⁴ verwendet [Dru06]. Diese beinhaltet sowohl den Differenzverstärker und den Integrator als auch die Stromquellen, die den Betriebsstrom für Detektor- und Verstärker-SQUID bereitstellen. Des Weiteren sind zusätzliche Stromquellen integriert, die die Bestimmung der Arbeitspunkte erleichtern. Die Bandbreite der FLL-Elektronik beträgt 20 MHz, der Rückkoppelwiderstand kann zwischen 0,7 k Ω und 100 k Ω variiert werden, wodurch sich mit den verwendeten SQUIDs ein Transferkoeffizient im FLL-Betriebsmodus von bis zu $V_{\Phi}^{\rm FLL} = 4.5 \,\mathrm{V}/\Phi_0$ erzeugen lässt. Das Eingangsspannungsrauschen der Elektronik beträgt 0,33 n $\mathrm{V}/\sqrt{\mathrm{Hz}}$ und ist im Vergleich zum intrinsischen Spannungsrauschen der SQUIDs vernachlässigbar klein.

 $^{^4 \}rm Entwicklung$ PTB Berlin. Vertrieb durch Magnicon GmbH, Lemsahler Landstr. 171, 22397 Hamburg, www.magnicon.com.

6. Experimentelle Anordnung und Methoden

In diesem Kapitel wird die zur Charakterisierung der vorgestellten Detektoren verwendete experimentelle Anordnung beschrieben. Außerdem wird die Präparation des felderzeugenden Dauerstroms sowie die Datenaufnahme und die Vorgehensweise bei der Datenauswertung behandelt.

6.1 Verdünnungskryostat

Der Betrieb magnetischer Kalorimeter verlangt Arbeitstemperaturen im Bereich von 10 mK bis 100 mK. Eine Übersicht der Methoden, um solche Temperaturen zu erzeugen, findet sich zum Beispiel in [Pob07] und [Ens00b]. Zur Charakterisierung des in dieser Arbeit beschriebenen Detektors wurde ein ³He/⁴He-Verdünnungskryostat verwendet. Die Funktionsweise eines solchen Kryostaten ist in der zuvor genannten Literatur ausführlich beschrieben und soll daher hier nicht näher behandelt werden. Stattdessen soll im Folgenden auf einige Eigenschaften und Besonderheiten des verwendeten Kryostaten eingegangen werden. In Abbildung 6.1 ist dieser schematisch dargestellt.

Der Kryostat ist mit einem Stickstoff- (A) und einem Heliumbad (B) ausgestattet, die als Vorkühlung für den ³He/⁴He-Gemischkreislauf (C) dienen. Des Weiteren wird der Gemischkreislauf durch den sogenannten 1 K-Topf (D) vorgekühlt, wobei dieser kontinuierlich über ein Nadelventil (E) mit flüssigem Helium aus dem Heliumbad gefüllt wird und der durch Abpumpen des Heliumdampfs über der Flüssigkeit eine konstante Temperatur von 1,3 K besitzt.

An der Mischkammer (F), dem kältesten Ort des Kryostaten, ist eine Plattform (© aus vergoldetem, sauerstofffreiem Kupfer angebracht, die ausreichend Raum für mehrere Detektoraufbauten, wie in Abschnitt 6.2 vorgestellt, bietet. Zur elektrischen Kontaktierung der Experimente enden aktuell 64 Drähte (H) auf der Experimentierplattform, die den Betrieb von vier unabhängigen metallischen Kalorimetern mit jeweils zweistufiger SQUID-Auslesung, wie in Kapitel 5.4 beschrieben, ermöglicht. Von der Experimentierplattform bis zum Heliumbad handelt es sich hierbei um supraleitende NbTi-Drähte in einer CuNi-Matrix, die an mehreren Temperaturstufen (Wärmetauscher (I), Verdampfer (J), 1 K-Topf) thermisch angekoppelt sind (K), um den Wärmeeintrag auf die Mischkammer zu reduzieren. Ab dem Heliumbad werden die Leitungen in Form von Kupferdrähten bis zu Raumtemperatur weitergeführt. Ein auf der Experimentierplattform an der Mischkammer montiertes Widerstands-



Abb. 6.1 Schematische Darstellung des verwendeten Verdünnungskryostaten.

thermometer (**D**) bestehend aus RuO_2 , das am Walther-Meißner-Institut in München kalibriert wurde, erlaubt in Kombination mit einer SIM921-Widerstandsmessbrücke¹ die Bestimmung der Temperatur der Mischkammer. Mithilfe eines Widerstandheizers (**M**) und eines PID-Reglers² lässt sich die Experimentierplattform auf beliebige Temperaturen unterhalb von etwa 700 mK stabilisieren. Die Kalibrationsquellen, die für die Charakterisierung der magnetischen Kalorimeter verwendet wurden, wurden auf der Experimentierplattform oder alternativ auf einem am Verdampfer befestigten Aluminiumstab (**N**) angebracht. Letzteres war bei Verwendung der in Kapitel 6.3.2 beschriebenen ²⁴¹Am-Quelle notwendig, da deren Zerfallswärme sonst einen signifikanten Wärmeeintrag auf die Mischkammer des Kryostaten erzeugt hätte.

Die Experimentierplattform wird durch zwei ineinandergeschachtelte Vakuumkammern und mehrere Strahlungsschilde vor Wärmeeinträgen geschützt. Der innere Wärmeschild () besteht aus einem Aluminiumtopf, der an den Verdampfer des ${}^{3}\text{He}/{}^{4}\text{He-Gemischkreislaufs montiert}$ ist und somit im Normalbetrieb des Kryostaten eine Temperatur von etwa 800 mK besitzt. Der nächste Strahlungsschild (P) ist am Heliumbad befestigt und besitzt daher eine Temperatur von 4,2 K. Gleichzeitig stellt dieser Schild die innere Vakuumkammer dar. Es folgen ein am Stickstoffbad (77K) befestigter Strahlungsschild Q sowie die äußere Vakuumkammer P, die sich bei Raumtemperatur befindet. Das Stickstoff- und das Heliumbad umgeben die Mischkammer und die daran befestigte Experimentierplattform nicht. Vielmehr werden nur die an den Bädern befestigten Strahlungsschilde zur thermischen Isolation der kältesten Stufe verwendet. Eine solche Geometrie besitzt den Vorteil, dass durch den Einsatz von Röntgenfenstern in allen Strahlungsschilden die auf der Experimentierplattform angebrachten Detektoren auch von einer Quelle außerhalb des Kryostaten bestrahlt werden könnten.³ Für die in dieser Arbeit diskutierten Messungen wurde jedoch keine externe Quelle verwendet sondern wie zuvor beschrieben die Kalibrationsquelle im Inneren des Kryostaten montiert.

In der hier beschriebenen Konfiguration erreicht die Mischkammer eine Basistemperatur von etwa 15 mK.

¹Stanford Research Systems, 1290-D Reamwood Avenue, Sunnyvale, CA 94089, USA, www.thinksrs.com.

²LR130, Linear Research Inc., 5231 Cushman Pl Ste 21, San Diego, CA 92110, USA.

³Es sollte angemerkt werden, dass sich der hier beschriebene Kryostat jedoch nur bedingt eignen würde, um ein magnetisches Kalorimeter an den Beschleunigeranlagen der GSI zu betreiben, da täglich das Stickstoff- und das Heliumbad gefüllt werden müssen. Dies ist aufgrund der Strahlenbelastung im laufenden Betrieb des Beschleunigers nicht möglich. Eine Alternative für einen solchen Aufbau wäre ein Kryostat, bei dem die Vorkühlung durch einen Pulsröhrenkühler realisiert wird.



Abb. 6.2 Schematische Darstellung des experimentellen Aufbaus.

6.2 Chipträger und elektromagnetische Abschirmung

Abbildung 6.2 zeigt eine schematische Skizze des experimentellen Aufbaus.

Ein etwa $15 \text{ mm} \cdot 42 \text{ mm}$ großes Messingbauteil (A) diente sowohl als Träger der Chips, die das magnetische Kalorimeter (B) und die SQUID-Magnetometer (C) beinhalten, als auch der mechanischen und thermischen Ankopplung dieser Chips an die Experimentierplattform des Kryostaten. Die Chips wurden mittels dem Spulenlack GE 7031 Varnish⁴ auf dem Messingträger befestigt. Des Weiteren wurden mit dem Zweikomponenten-Epoxidharz Stycast 2850 FT⁵ Platinen mit Kupferleitungen (D) zur elektrischen Kontaktierung der Chips aufgeklebt.

Die Kontaktierung zwischen den Leiterbahnen der Platinen und der Chips sowie zwischen Detektor- und SQUID-Chip erfolgte über Aluminium-Drähte (E) mit einem Durchmesser von 25 µm, die mittels eines Ultraschallpulses mit den jeweiligen Kontaktflächen kaltverschweißt wurden. Bei Temperaturen unter 1,2 K stellen diese eine supraleitende Verbindung dar. Über die Steckverbindungen (F) am Ende des Messingträgers werden die SQUID-Leitungen mit den im Kryostaten fest installierten Drähten verbunden. Die Leitungen, über die der felderzeugende Dauerstrom sowie der Heizstrom des Dauerstromschalters (siehe Abschnitt 6.4) injiziert werden, wurden hingegen über an die Platine angelötete supraleitende NbTi:CuNi-Drähte (G) mit der Verdrahtung des Kryostaten verbunden.

 $^{^{4}\}mathrm{Lake}$ Shore Cryotronics Inc., 575 McCorkle Boulevard, Westerville, OH 43082, USA, www.lakeshore.com.

 $^{^5\}mathrm{Emerson}$ & Cuming, Nijverheidsstraat 7, 2260 Westerlo, Belgien.

Der thermische Kontakt zwischen den mit den Röntgenabsorbern (H) verbundenen T-förmigen Gold-Strukturen (I) des Kalorimeters und dem Wärmebad wurde durch ultraschallverschweißte Gold-Drähte (J) mit einem Durchmesser von 50 µm realisiert. Hierbei kamen etwa vierzig bis fünfzig parallele Gold-Drähte pro Pixel zum Einsatz, wodurch der Wärmewiderstand zwischen jedem magnetischen Kalorimeter und dem Wärmebad und damit das Thermalisierungsverhalten nur durch die auf dem Chip befindlichen Gold- und <u>Au</u>:Er-Strukturen bestimmt wurde.

Der Messingträger wurde von einer an den Stirnseiten offenen Blei-Hülle (K) umgeben. Da sich Blei bei Temperaturen unterhalb von 7,2 K im supraleitenden Zustand befindet, agiert diese Hülle als elektrische und magnetische Abschirmung des Detektors und der SQUIDs. Eine Öffnung (L) direkt oberhalb des Detektorchips ermöglicht, dass die Röntgenphotonen der außerhalb der Blei-Hülle befindlichen Kalibrationsquelle (M) (siehe Abschnitt 6.3) den Detektor erreichen konnten. Um das Eindringen magnetischer Felder durch diese Öffnung der Abschirmung zu reduzieren, wurde ein etwa 2,5 cm langes Blei-Röhrchen (N) als "Kamin" um diese Öffnung angebracht und mit der übrigen Hülle verschweißt.

Um zu vermeiden, dass die durch die Öffnung in der Blei-Abschirmung einfallenden Röntgenphotonen statt in dem Röntgenabsorber im Substrat oder anderen auf dem Chip befindliche Strukturen auftreffen, wurde ein Kollimator \bigcirc knapp oberhalb der Röntgenabsorber platziert. In den Messungen, in denen der Detektor mit der ⁵⁵Fe-Quelle charakterisiert wurde, diente eine etwa 20 µm dicke Gold-Folie mit Löchern zur Kollimation. Bei Verwendung der ²⁴¹Am-Quelle wurde aufgrund der höheren Energien der emittierten Röntgenphotonen stattdessen ein 800 µm dickes Blei-Blech verwendet.

6.3 Röntgenquellen

Zur Charakterisierung des im Rahmen dieser Arbeit entwickelten Detektors wurden zwei Kalibrationsquellen, eine ⁵⁵Fe- und eine ²⁴¹Am-Quelle, verwendet, die im Folgenden beschrieben werden.

6.3.1 ⁵⁵Fe-Quelle

Eisen besitzt das instabile Isotop ⁵⁵Fe, das mit einer Halbwertszeit von 2,73 Jahren über einen Elektroneneinfangprozess zerfällt. Das bedeutet, dass ein Elektron aus der Elektronenhülle, meist aus der K-Schale, vom Atomkern eingefangen wird und dabei ein Proton in ein Neutron umwandelt. Im Fall von ⁵⁵Fe findet also eine Umwandlung zu ⁵⁵Mn statt. Der unbesetzte Zustand wird von einem Elektron aus einer höheren

Schale eingenommen, wobei die Energiedifferenz zwischen den beiden Niveaus häufig in Form eines Röntgenphotons freigesetzt wird. Die mit einer relativen Häufigkeit von 90 % beziehungsweise 10 % dominantesten Photonenergien in dem entstehenden Spektrum entsprechen mit 5,899 keV und 6,49 keV den K_{α}- (Übergang von der Lin die K-Schale) und K_{β}-Linien⁶ (Übergang von der M- in die K-Schale) des Tochterelements ⁵⁵Mn [Huo08]. Die Kopplung zwischen Spin und Bahndrehimpuls der Elektronen bewirkt eine Feinstrukturaufspaltung der zuvor genannten Spektrallinien. Diese beträgt wenige Elektronenvolt und ist zwar nicht mit dem in dieser Arbeit verwendeten Detektor aufzulösen, die natürliche Linienform, dargestellt als Summe von Lorentz-Funktionen [Höl97], wird jedoch trotzdem bei der Datenauswertung berücksichtigt.

Bei der verwendeten ⁵⁵Fe-Quelle⁷ ist das radioaktive Element vollständig von einem Edelstahl-Zylinder mit einem 200 µm dicken Beryllium-Röntgenfenster umschlossen. Dies hat zur Folge, dass von dem gesamten ⁵⁵Mn-Spektrum nur die beiden dominantesten Linien K_{α} und K_{β} zu beobachten sind. Röntgenquanten mit kleinerer Energie sowie Auger-Elektronen werden vollständig von der Kapselung der Quelle absorbiert.

Zum Zeitpunkt der Charakterisierung des Detektors wies die Quelle eine Aktivität von circa 2,15 MBq auf.

6.3.2 ²⁴¹Am-Quelle

Bei ²⁴¹Am handelt es sich um das zweitstabilste Isotop des Transurans Americium, welches mit einer Halbwertszeit von 432,6 Jahren über einen α -Zerfall in ²³⁷Np übergeht. Ein Großteil der Zerfallsenergie von 5,638 MeV wird hierbei in kinetische Energie des α -Teilchens umgesetzt. Ein gewisser Anteil der Energie bewirkt jedoch eine Anregung des Tochterkerns. Relaxiert der Atomkern wieder in den Grundzustand, so wird die Energiedifferenz in Form von charakteristischer γ -Strahlung emittiert. Tabelle 6.1 links zeigt die vier dominantesten γ -Linien. In der ersten Spalte ist der zugehörige Kernübergang dargestellt, wobei die Kernniveaus in aufsteigender Reihenfolge bezeichnet werden (0 = Grundzustand, 1 = erstes angeregtes Niveau usw.). Der Parameter p beschreibt die Wahrscheinlichkeit für das Auftreten des γ -Photons pro ²⁴¹Am-Zerfall [Bé10].

Da sich die Elektronen aufgrund der veränderten Kernladung neu arrangieren, kommt es des Weiteren zur Emission von Röntgenquanten und Auger-Elektronen,

⁶In dieser Arbeit wird zur Kennzeichnung der Spektrallinien die Siegbahn-Notation verwendet. Zur Übersetzung in die IUPAC-Notation siehe [Jen91].

⁷Nycomed Amersham plc, jetzt GE Healthcare, Amersham Place, Little Chalfont, Buckinghamshire, HP7 9NA, Großbritanien.

Linie	Energie [keV]	p [%]
L_l	11,871	0,84
$L_{\alpha 2}$	13,757	1,37
$L_{\alpha 1}$	$13,\!943$	12,0
L_{η}	$15,\!861$	0,38
$L_{\beta 6}$	$16,\!110$	0,22
$L_{\beta 2,15}$	$16,\!795 - 16,\!840$	2,93
$L_{\beta 4}$	17,060	1,74
$L_{\beta 5,7}$	$17,\!27 - 17,\!505$	0,64
$L_{\beta 1}$	17,747	13,4
$L_{\beta 3}$	$17,\!991$	1,48
$L_{\gamma 5}$	20,100	0,11
$L_{\gamma 1}$	20,785	3,19
$L_{\gamma 2}$	21,100	0,48
$L_{\gamma 3,6,8}$	$21,\!26-21,\!49$	1,16
Lui	22.20	0.24

Tab. 6.1 Links: Dominanteste γ -Linien von ²³⁷Np [Bé10]. **Rechts:** Dominanteste Linien des Röntgenspektrums von Neptunium [Des03, Sch01].

Energie [keV]

26,345

33,196

43,420

59,541

Übergang

 $2 \rightarrow 1$

 $1 \rightarrow 0$

 $4 \rightarrow 2$

 $2 \rightarrow 0$

die Übergängen im Elektronenschema des Tochteratoms Neptunium entsprechen. Im
Wesentlichen handelt es sich hierbei um Linien der L-Serie, also Übergänge aus den
M-, N- und O-Schalen in die L-Schale. Eine Auflistung der dominantesten Spektralli-
nien mit zugehöriger Wahrscheinlichkeit p pro ²⁴¹ Am-Zerfall ist in Tabelle 6.1 rechts
gegeben [Des03, Sch01]. Aufgrund der kurzen Lebensdauer der angeregten Zustän-
de von Neptunium, die typischerweise im Atto- bis Femtosekunden-Bereich liegt,
besitzen die Linien des Röntgenspektrums gemäß der Heisenbergschen Unschärfere-
lation natürliche Breiten von bis zu 30 eV [Cam01]. Diese ist mit der Auflösung des
charakterisierten Detektors (siehe Kapitel 7.6) vergleichbar und darf daher bei der
Auswertung der gemessenen Spektren nicht vernachlässigt werden.

 $p \ [\%]$

2,31

0,1215

0,0669

35,92

Bei der verwendeten ²⁴¹Am-Quelle⁸ ist das radioaktive Isotop in einer Keramik eingebettet. Diese wiederum ist von einem Edelstahlzylinder mit einem 250 µm dicken Beryllium-Röntgenfenster umgeben, so dass weder α -Teilchen noch Elektronen entweichen können.

Die nominelle Aktivität der verwendeten Quelle beträgt 370 kBq.

6.4 Präparation des magnetfelderzeugenden Dauerstroms

Wie in Kapitel 3.3.1 behandelt, wird das zur Ausrichtung der magnetischen Momente im <u>Au</u>:Er-Sensor benötigte Magnetfeld durch einen Dauerstrom in dem supralei-

 $^{^8\}mathrm{Eckert}$ & Ziegler Nuclitec GmbH, Gieselweg 1, 38110 Braunschweig, www.nuclitec.de.



Abb. 6.3 Schematische Darstellung der Vorgehensweise bei der Präparation des Dauerstroms. Die einzelnen Diagramme werden im Text erläutert.

tenden Stromkreis erzeugt, der aus den beiden mäanderförmigen Detektionsspulen gebildet wird. Um diesen Dauerstrom in den Spulen zu generieren, ist es nötig, die Supraleitung an einer Stelle des Stromkreises kurzzeitig aufzuheben. Dazu dient der in Abschnitt 4.2 bereits vorgestellte Heizwiderstand aus AuPd, über den ein Wärmepuls erzeugt werden kann, der die Niobbahnen in der näheren Umgebung auf Temperaturen oberhalb des Supraleiter-Normalleiter-Übergangs von 9,25 K erwärmt. Mithilfe von Abbildung 6.3 soll nun die Vorgehensweise zur Präparation des Dauerstroms erläutert werden.

- a) Ein über die Zuleitungen in die supraleitenden Stromkreise eingeprägter Strom $I_{\rm F}$ teilt sich an den Knotenpunkten entsprechend den Induktivitäten auf die zur Verfügung stehenden Pfade auf. Die Wege über die beiden Detektionsspulen beziehungsweise durch die linke Detektionsspule und die Einkoppelspule des SQUIDs besitzen vergleichsweise hohe Induktivitäten, weshalb der eingeprägte Strom vorwiegend über den Pfad fließt, der an dem Heizwiderstand vorbeiführt.
- b) Ein Strom $I_{\rm H}$ durch den Heizwiderstand führt nun zu zwei Effekten. Zum einen erwärmt sich das gesamte Substrat auf über 1,2 K, so dass die Aluminium-Drähte, die zur Einkoppelspule des SQUIDs führen, normalleitend werden. Zum anderen wird die Niob-Leitung, die am Heizwiderstand vorbeiführt, auf eine Temperatur oberhalb von 9,25 K erwärmt und damit ebenfalls normalleitend getrieben. Damit fließt der eingeprägte Strom $I_{\rm F}$ nun durch den durch die beiden mäanderförmigen Detektionsspulen gebildeten, einzigen verbleibenden supraleitenden
Pfad und erzeugt einen magnetischen Fluss $\Phi = 2LI_{\rm F}$, wobei jede der Spulen die Induktivität L besitzt.

c) Wird der AuPd-Widerstand nun nicht mehr von einem Strom durchflossen, so kühlt der normalleitende Pfad wieder ab und bildet gemeinsam mit den beiden Detektionsspulen einen geschlossenen supraleitenden Stromkreis, in dem der magnetische Fluss Φ eine Erhaltungsgröße darstellt. Dies hat zur Folge, dass nach dem Entfernen der externen Stromversorgung dieser supraleitende Kreis von einem Dauerstrom

$$I_0 = \frac{2L}{2L + L_{\rm DS}} I_{\rm F} \approx I_{\rm F} \tag{6.1}$$

durchflossen wird. Die Induktivität $L_{\rm DS}$ des Dauerstromschalters ist wesentlich kleiner als die der Detektionsspulen, wodurch der Dauerstrom I_0 etwa dem eingeprägten Strom $I_{\rm F}$ entspricht.

d) Nach Beendigung des Heizens werden die Aluminium-Drähte ebenfalls wieder supraleitend.

6.5 Datenaufnahme

Wie bereits in Kapitel 5.4 dargelegt, stellt die Ausgangsspannung der SQUID-Elektronik, welche proportional zum magnetischen Fluss im Detektor-SQUID ist, das eigentliche Messsignal des Detektoraufbaus dar. Für die Messungen der Temperaturabhängigkeit der Magnetisierung, die in Kapitel 7.2 behandelt werden, wurde dieses Spannungssignal mittels eines AD-Wandlers vom Typ NI USB-6251⁹ digitalisiert und anschließend von einem Rechner aufgezeichnet.

Zur Aufzeichnung der Signale, die durch die Absorption von Photonen im Detektor erzeugt wurden, diente ein zweites System. Dieses bestand aus einer PCI-Oszilloskopkarte des Modells CompuScope 12100¹⁰, die das eingehende Signal mit einer Auflösung von 12 bit und Abtastraten von bis zu 100 MHz digitalisierte. Da die Karte zwei Kanäle besitzt, die jeweils mit einem analogen Trigger ausgestattet sind, war es möglich, zwei Detektoren gleichzeitig auszulesen oder das Signal eines Detektors auf beide Kanäle aufzuspalten. Als Trigger diente typischerweise der steile Anstieg beziehungsweise Abfall (je nachdem, in welchem Pixel des Kalorimeters das Photon absorbiert wurde) des Flusssignals im SQUID. Jeweils bis zu 16384 Datenpunkte bildeten ein Zeitfenster, wobei typischerweise das erste Viertel des gespeicherten Signals zeitlich vor dem Auslösen des Triggers lag. Dieser Anteil

⁹National Instruments Corporation, 11500 North Mopac Expressway, Austin, TX 78759, USA, www.ni.com.

¹⁰GaGe, 900 North State Street, Lockport, IL 60441, USA, www.gage-applied.com.

des aufgenommenen Zeitfensters diente dazu, zu erkennen, ob sich das betrachtete Signal mit einem vorhergehenden überlagert. Außerdem entspricht dieses Nullsignal der Sensormagnetisierung bei der vorliegenden Badtemperatur und diente somit als Temperaturinformation. Um das Nyquist-Shannon-Abtasttheorem zu erfüllen, nach dem die Bandbreite des Signals maximal der halben Abtastfrequenz entsprechen darf um das Auftreten von Alias-Effekten zu vermeiden, wurde das Signal vor der Digitalisierung mit einem Spannungsverstärker vom Typ SR560¹¹ mit einem Bandpassfilter belegt und gegebenenfalls zusätzlich verstärkt.

Für die Analyse des Detektorrauschens in Kapitel 7.1 und 7.3 kam der gleiche Messaufbau wie bei der Aufzeichnung der Absorptionssignale zum Einsatz. Wiederum bildeten 16384 Messpunkte ein Zeitfenster, wobei sichergestellt wurde, dass während der aufgezeichneten Zeitspanne kein Röntgenphoton detektiert wurde. Mittels einer diskreten Fourier-Transformation wurde hieraus die spektrale Leistungsdichte des Rauschens berechnet.

6.6 Digitale Datenanalyse der Absorptionssignale

Um den detektierten Röntgenphotonen eine Energie zuzuweisen, wurde ein auf der Idee des Optimalen Filterns basierender Algorithmus verwendet. Hierzu wurde zunächst aus mehreren möglichst ähnlichen Signalen durch Mittelung ein Musterpuls generiert, welcher mittels einer diskreten Fourier-Transformation in den Frequenzraum übersetzt wurde. Gleichzeitig wurde aus Ruhesignalen, also aus aufgezeichneten Zeitfenstern, in denen kein durch Absorption eines Photons erzeugter Temperaturpuls auftrat, die spektrale Leistungsdichte des Rauschens bestimmt. Aus diesen beiden Informationen wurde eine Filterfunktion gebildet und in den Zeitraum rücktransformiert. Der Maximalwert einer Faltung der resultierenden Filterfunktion mit jedem aufgezeichneten Absorptionssignal stellt ein Maß für die Energie des jeweiligen Photons dar. Eine detaillierte Darstellung des verwendeten Algorithmus ist in [Fle03] zu finden.

¹¹Stanford Research Systems, 1290-D Reamwood Avenue, Sunnyvale, CA 94089, USA, www.thinksrs.com.

7. Experimentelle Ergebnisse

In diesem Kapitel werden die Ergebnisse der Messungen vorgestellt, die der Charakterisierung der magnetischen Kalorimeter dienen. Des Weiteren konnten aus den aufgezeichneten Signalen Informationen über das Spektrum der ²⁴¹Am-Quelle gewonnen werden, die hier ebenfalls diskutiert werden.

7.1 Induktivität der Detektionsspulen

Bei einer Temperatur T zwischen 1,2 K und 9,25 K sind die mäanderförmigen Detektionsspulen des magnetischen Kalorimeters sowie die Einkoppelspule des SQUID-Magnetometers supraleitend, während die Aluminium-Drähte, die Detektionsspule und SQUID miteinander verbinden, einen endlichen Gesamtwiderstand $R_{\rm Al}$ besitzen. Da die Aluminium-Drähte über die Detektions- und Einkoppelspulen mit sich selbst kurzgeschlossen sind, erzeugen diese ein thermisches Stromrauschen $S_I = 4k_{\rm B}T/R_{\rm Al}$ und damit ein magnetisches Flussrauschen im SQUID-Magnetometer, welches bei diesen hohen Temperaturen die übrigen der in Kapitel 4.1.1 vorgestellten Rauschbeiträge dominiert. Das von den Aluminium-Drähten verursachte Flussrauschen kann mittels einer Tiefpass-Charakteristik

$$S_{\Phi,S}(f) = M_{\rm iS} \, \frac{4k_{\rm B}T}{R_{\rm Al}} \, \frac{1}{1 + \left(2\pi L_{\rm ges}f/R_{\rm Al}\right)^2} \tag{7.1}$$

beschrieben werden, wobei die Grenzfrequenz durch den Widerstand R_{Al} sowie die Gesamtinduktivität L_{ges} des Stromkreises bestimmt wird. Diese wiederum ist gegeben durch

$$L_{\rm ges} = \frac{L}{2} + L_{\rm i} + L_{\rm Al} \quad ,$$
 (7.2)

wobei L der Induktivität einer der beiden Detektionsspulen, L_i der Induktivität der Einkoppelspule und L_{Al} der Induktivität der Aluminium-Drähte entspricht. Somit kann aus einer Messung des thermischen Stromrauschens der Aluminium-Drähte die Induktivität der Detektionsspulen ermittelt werden. Wäre eine der beiden Detektionsspulen unterbrochen, so würde der Faktor $\frac{1}{2}$ in der vorhergehenden Gleichung entfallen, was sich als erhöhte Gesamtinduktivität bemerkbar macht. Ebenfalls könnte man erkennen, ob eine der Detektionsspulen über eine Verbindung mit geringer Induktivität kurzgeschlossen ist, da dies zu einer Verringerung der Gesamtinduktivität führen würde.

Abbildung 7.1 zeigt das magnetische Flussrauschen im Detektor-SQUID als Funktion der Frequenz, links unter Verwendung des C4XS116W-SQUIDs bei einer Tem-



Abb. 7.1 Von den normalleitenden Aluminium-Drähten verursachtes magnetisches Flussrauschen im Detektor-SQUID. a) Unter Verwendung des SQUIDs C4XS116W bei T = 6,6 K. b) Unter Verwendung des SQUIDs C6X114W bei T = 4,2 K.

peratur von 6,6 K, rechts mit dem SQUID C6X114W bei T = 4,2 K. Die roten Kurven entsprechen der in Gleichung 7.1 angegebenen Funktion, wobei $R_{\rm Al}$ und $L_{\rm ges}$ als freie Parameter zur Anpassung an die gemessenen Daten dienten. Die Abweichung zwischen den Messdaten und der angepassten Kurve bei Frequenzen oberhalb von etwa 300 kHz kann auf die Bandbreite des SQUID-Magnetometers inklusive der Rückkoppelelektronik bei den gewählten Betriebsparametern zurückgeführt werden.

Mit den in Tabelle 5.1 angegebenen Induktivitäten der Einkoppelspulen von 23,2 nH (C4XS116W) beziehungsweise 1,6 nH (C6X114W) und unter der Annahme, dass die Induktivität der Aluminium-Drähte etwa $L_{Al} \approx 0,1 \text{ nH/m}\Omega \cdot R_{Al}$ beträgt¹, ergibt sich die Induktivität der Detektionsspulen zu 29,6 nH beziehungsweise 28,8 nH. Dieser Wert stimmt gut mit dem aus numerischen Simulationen² zu erwartenden Induktivität von 30,3 nH überein. Daraus lässt sich schließen, dass keine der beiden Detektionsspulen unterbrochen oder größtenteils kurzgeschlossen ist. Des Weiteren ist durch diese Untersuchungen des Flussrauschens sichergestellt, dass bei den im Folgenden vorgestellten Messungen die Fluss-zu-Fluss-Konversion (siehe Gleichung 3.20), deren Nenner gerade durch $2L_{ges}$ gegeben ist, die zu erwartenden Werte aus Gleichung 3.21 annimmt.

¹Hierbei handelt es sich um einen Erfahrungswert für Verbindungen, die durch jeweils zwei parallel verlaufende Aluminium-Drähte im Abstand von etwa $100\,\mu\text{m}$ bestehen.

²FastHenry, Version 3.0, Computational Prototyping Group, Research Laboratory of Electronics at MIT, Freeware, www.rle.mit.edu/cpg/research_codes.htm.



Abb. 7.2 Magnetische Flussänderung im Detektor-SQUID des mit zwei <u>Au</u>:Er-Sensoren bestückten Kalorimeters als Funktion der inversen Temperatur für verschiedene magnetfelderzeugende Dauerströme in den Detektionsspulen unter Verwendung des SQUIDs C4XS116W. Die gestrichelten Kurven entsprechen 1/35 der Flussänderung eines Kalorimeters, bei dem nur eine der beiden Detektionsspulen mit einem <u>Au</u>:Er-Sensor bestückt ist.

7.2 Temperaturabhängigkeit der Magnetisierung des <u>Au</u>:Er-Sensors

Die Änderung des magnetischen Flusses im Detektor-SQUID bei Variation der Temperatur des Detektors wurde im Bereich zwischen etwa 23 mK und 200 mK untersucht. Da in dem betrachteten Kalorimeter beide mäanderförmigen Detektionsspulen mit einem <u>Au</u>:Er-Sensor bestückt waren, erwartet man für einen perfekt symmetrischen Aufbau keine Änderung des magnetischen Flusses im SQUID. Die beobachtete Flussänderungen, die für verschiedene magnetfelderzeugende Dauerströme als durchgezogene Kurven in Abbildung 7.2 dargestellt sind, sind somit durch die parasitär vorhandene Asymmetrie der Detektionsspulen beziehungsweise der Geometrie und der Erbium-Konzentration der beiden <u>Au</u>:Er-Sensoren erzeugt.

Obwohl das Kalorimeter gradiometrisch aufgebaut ist und somit keine Signaländerung zeigen sollte, wenn beide <u>Au</u>:Er-Sensoren die gleiche Temperatur besitzen, ist ein gewisses Magnetisierungssignal vorhanden. Die gestrichelten Kurven entsprechen der um einen Faktor 35 verringerten magnetischen Flussänderung für die jeweilige Dauerstromstärke, wie sie für ein solches magnetisches Kalorimeter zu erwarten wäre, wenn nur eine der beiden Detektionsspulen von einem Temperatursensor bedeckt wäre. Somit scheinen sich die beiden Pixel des betrachteten Detektors um etwa $1/35 \approx 2.9\%$ zu unterscheiden.

Zum Teil ist diese Asymmetrie in der Geometrie des Detektionsstromkreises begründet, da der Dauerstromschalter (siehe Abbildung 6.3) eine zusätzliche Induktivität $L_{\rm DS}$ in einem der beiden parallel geschalteten Pfade darstellt. Numerische Simulationen zeigen jedoch, dass diese Induktivität nur etwa 0,26 nH beträgt und



Abb. 7.3 Magnetisches Flussrauschen des Detektoraufbaus bei einer Temperatur von 15 mK und einem felderzeugenden Dauerstrom von 100 mA.

somit nur eine Asymmetrie von unter 1 % erklären kann. Die beobachtete Differenz der Induktivitäten von 2,9 % könnte allerdings dadurch erklärt werden, dass bei einer der Detektionsspulen aufgrund von Fehlern in der Fotolackschicht während der Mikrofabrikation etwa fünf bis sechs benachbarte Niob-Bahnen miteinander kurzgeschlossen sind. Leider lässt sich dies angesichts der auf der Detektionsspule geschichteten Strukturen (<u>Au</u>:Er-Sensor und insbesondere Röntgenabsorber) im Nachhinein nicht mehr optisch überprüfen.

7.3 Rauschen des Detektors

Abbildung 7.3 zeigt die spektrale Leistungsdichte des magnetischen Flussrauschens im SQUID C6X114W, die bei einer Temperatur von 15 mK und einem in die mäanderförmigen Detektionsspulen eingeprägten Dauerstrom von 100 mA bestimmt wurde. Während der Messung befand sich die ²⁴¹Am-Kalibrationsquelle über dem Kalorimeter.

Es wurden mehrere Zeitfenster des Detektorsignals, in denen kein Absorptionsereignis stattfand, aufgezeichnet, per diskreter Fourier-Transformation in den Frequenzraum übersetzt und gemittelt. Aufgrund der auf 16384 Datenpunkte begrenzten Länge der aufgezeichneten Zeitfenster wurden die in Abbildung 7.3 dargestellten Daten (blaues Histogramm) aus drei Messungen zusammengesetzt, bei denen durch Variation der Abtastrate und der Länge des Zeitfensters jeweils unterschiedliche Frequenzbereiche abgedeckt wurden. Alias-Effekte wurden hierbei durch die Verwendung der in Abschnitt 6.5 beschriebenen Tiefpassfilter vermieden. Bei Frequenzen oberhalb von 10^5 Hz ist der dadurch verursachte Signalabfall zu erkennen. Die gestrichelten Kurven entsprechen den zu erwartenden Rauschbeiträgen, wie sie in Kapitel 4.1.1 hergeleitet wurden und sich zu dem als durchgezogene rote Kurve dargestellten Gesamtrauschen addieren. Hierfür wurde das weiße Rauschen des SQUID-Magnetometers mit $0.65 \,\mu \Phi_0 / \sqrt{\text{Hz}}$ an das hochfrequente Plateau der Messung angepasst. Wie man sieht entspricht das gemessene Leistungsspektrum des Rauschens bei Frequenzen oberhalb von etwa 100 Hz dem erwarteten Rauschspektrum, bei niedrigeren Frequenzen sind jedoch Abweichungen zu beobachten. Diese Abweichungen könnten durch einen wesentlich höheren Beitrag der thermodynamischen Energiefluktuationen zwischen Temperatursensor und Röntgenabsorber erklärt werden. Allerdings müsste dazu die Wärmekapazität des <u>Au</u>:Er-Sensors etwa einen Faktor 4,6 größer sein als erwartet (bei unveränderter Absorberwärmekapazität). Die Untersuchung der Signalgrößen, die in Abschnitt 7.4.2 erfolgt, widerlegt jedoch diese Annahme.

Daher sollte die Differenz zwischen gemessenem und erwartetem Rauschspektrum als zusätzlicher Beitrag

$$S_{\Phi_{\rm S},\text{extra}}(f) = \frac{\left(29,2\,\mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}\right)^2}{1 + \left(2\pi\tau_1 f\right)^2} \tag{7.3}$$

0

betrachtet werden, der bei niedrigen Frequenzen die gleiche Frequenzabhängigkeit wie die thermodynamischen Energiefluktuationen (siehe Gleichung 4.2) und die Fouriertransformierte der Punktantwortfunktion $\tilde{p}(f)$ (siehe Gleichung 4.6) besitzt. In [Sch12] konnte ein ähnlicher zusätzlicher Rauschbeitrag beobachtet werden, welcher möglicherweise auf Temperaturfluktuationen des Kalorimeters zurückzuführen ist. Diese könnten durch die Absorption von Röntgenphotonen in den benachbarten Kalorimetern verursacht werden. Da in dem hier diskutierten experimentellen Aufbau ein 800 µm dickes Blei-Blech als Kollimator verwendet wurde, welches für die dominanten Röntgenphotonen der ²⁴¹Am-Quelle mit einer Energie von 59,5 keV eine Transparenz von etwa 0,25 % besitzt, könnte diese Erklärung hier ebenfalls zutreffen. Übersetzt man das zusätzliche Flussrauschen mittels

$$S_{T,\text{extra}}(f) = \left(\frac{\partial \Phi}{\partial T}\right)^2 S_{\Phi_{\text{S}},\text{extra}}(f)$$
(7.4)

in eine Leistungsdichte der Temperatur, so erhält man einen Plateauwert von etwa $(30 \,\mathrm{nK}/\sqrt{\mathrm{Hz}})^2$. Integration über alle Frequenzen liefert

$$\int_{0}^{\infty} S_{T,\text{extra}}(f) \,\mathrm{d}f \approx (80 \,\mathrm{nK})^2 \quad , \tag{7.5}$$

was dem mittleren Temperaturunterschied der beiden <u>Au</u>:Er-Sensoren des betrachteten Kalorimeters entsprechen sollte.



Abb. 7.4 Detektorsignal nach Absorption eines 59,5 keV-Photons für verschiedene Temperaturen bei einem felderzeugenden Dauerstrom von 100 mA. a) Lineare Flussachse. b) Logarithmische Flussachse.

Des Weiteren könnte ein solches zusätzliches niederfrequentes Rauschen durch die Absorption von Röntgenphotonen mit vergleichsweise geringer Energie im betrachteten Kalorimeter erklärt werden. Solche Ereignisse führen nur zu einer geringen Temperaturerhöhung des jeweiligen <u>Au</u>:Er-Sensors, die zu einer mit der Amplitude des übrigen Rauschens vergleichbaren Signalgröße führt. Da das Thermalisierungsverhalten des Detektors annähernd unabhängig von der aufgenommenen Energie ist, besitzen diese kleinen Signale die durch die Punktantwortfunktion vorgegebene Frequenzabhängigkeit. Da das Spektrum der verwendeten ²⁴¹Am-Quelle, wie in Kapitel 7.8.1 behandelt, auch Linien enthält, die Fluoreszenzanregungen der im Detektoraufbau verwendeten Elemente wie zum Beispiel Blei entsprechen, ist es natürlich auch möglich, dass weitere Linien existieren, die allerdings aufgrund der zu niedrigen Energie den Trigger nicht auslösen und demnach nicht als Photonsignal oder "abnormales" Rauschen erkannt werden.

7.4 Signalform

Die Analyse der Form der Detektorsignale, die durch die Absorption eines Röntgenphotons erzeugt werden, erlaubt entsprechend der in Kapitel 3.4 angegebenen Zusammenhänge Rückschlüsse auf die Eigenschaften des Detektors. Hierbei stellt insbesondere die Signalhöhe ein Maß für die Gesamtwärmekapazität des jeweiligen Kalorimeters dar, während aus dem zeitlichen Verlauf der Signale Informationen über die thermischen Kopplungen zwischen den thermodynamischen Subsystemen gewonnen werden können.

Abbildung 7.4a zeigt für verschiedene Temperaturen des Kalorimeters die im SQUID-Magnetometer auftretenden Signale, die jeweils der Absorption eines Röntgenphotons aus der dominanten γ -Linie bei 59,5 keV der ²⁴¹Am-Quelle entsprechen. Zur besseren Darstellung wurden für jede Temperatur mehrere identische Signale gemittelt, wodurch das Rauschen des Signals reduziert wurde. Abbildung 7.4b zeigt die gleichen Daten auf logarithmischer Flussachse.

Wie man sieht, nimmt die Signalgröße mit steigender Temperatur ab. Dies ist vor allem durch die Temperaturabhängigkeit der Magnetisierung des paramagnetischen <u>Au</u>:Er-Sensors verursacht. Die Temperaturabhängigkeit der thermischen Leitfähigkeit führt dazu, dass das Kalorimeter gleichzeitig schneller mit dem Wärmebad des Kryostaten thermalisiert.

7.4.1 Thermalisierung des Detektors

Aus Abbildung 7.4b geht hervor, dass sich die Thermalisierung des Detektors mit dem Wärmebad nach der Absorption eines Photons bei Temperaturen über 60 mK, wie in Gleichung 3.26 diskutiert, durch einen exponentiellen Abfall $\Phi_{\rm S}(t) = \Phi_{\rm S}(0) e^{-t/\tau_1}$ beschreiben lässt.

Bei tieferen Temperaturen benötigt man für eine befriedigende Beschreibung des Signalabfalls jedoch eine Summe aus drei Exponentialfunktionen

$$\Phi_{\rm S}(t) = \Phi_{\rm S}(0) \left(a_{\rm a} \,\mathrm{e}^{-t/\tau_{\rm 1a}} + a_{\rm b} \,\mathrm{e}^{-t/\tau_{\rm 1b}} + a_{\rm c} \,\mathrm{e}^{-t/\tau_{\rm 1c}} \right) \tag{7.6}$$

mit $a_{\rm a} + a_{\rm b} + a_{\rm c} = 1$ und aufsteigend sortierten Zeitkonstanten $\tau_{1\rm a} < \tau_{1\rm b} < \tau_{1\rm c}$.

Die kürzeste Zeitkonstante weist keine systematische Temperaturabhängigkeit auf und beträgt etwa $\tau_{1a} \approx 250 \,\mu$ s. Diese ist auf das in Kapitel 3.1.3 diskutierte zusätzliche thermodynamische System zurückzuführen, das durch die magnetischen Quadrupolmomente der Gold-Atomkerne gebildet wird. Da diese thermisch verhältnismäßig gut an die übrigen Freiheitsgrade, die Leitungselektronen und die magnetischen Momente, gekoppelt sind, fließt somit auf im Vergleich zur Thermalisierung mit dem Wärmebad kurzer Zeitskala ein Teil der im Zeeman-System enthaltenen Wärmemenge in das System der Quadrupolmomente.

Die Exponentialfunktion mit der mittleren Zeitkonstante $\tau_{1b} \approx 2 \text{ ms}$ trägt nur mit einer Amplitude $a_b \leq 5\%$ zum Gesamtsignal bei. Die Ursache dieser mittleren Exponentialfunktion könnte in zwei Erklärungen zu finden sein. Zum einen könnte die Thermalisierung zwischen den magnetischen Momenten der Erbium-Ionen und dem System der Kernquadrupolmomente derart gestaltet sein, dass zu des-



Abb. 7.5 Längste Zeitkonstante τ_{1c} der Detektorsignale bei verschiedenen Temperaturen und felderzeugenden Dauerströmen. Kreise und Dreieicke entsprechen Absorptionsereignissen in den verschiedenen Pixeln des Kalorimeters. Die Sterne stammen aus Signalen in einem Kalorimeter, das nur mit einem Röntgenabsorber und Temperatursensor bestückt war.

sen Beschreibung keine einfache Exponentialfunktion herangezogen werden kann. Vielmehr könnte eine breite Verteilung an Relaxationszeiten existieren, wobei bereits zwei Zeitkonstanten eine passable Beschreibung der Thermalisierung erlauben. Zum anderen stellen die mäanderförmige Detektionsspule des Kalorimeters sowie die SiO_2 -Isolationsschicht zwischen Spule und <u>Au</u>:Er-Sensor zusätzliche thermodynamische Systeme dar, die bei der bisherigen Behandlung des Detektors vernachlässigt wurden und mit denen das Zeeman-System Wärme austauschen kann.

Der Summand mit der größten Zeitkonstanten τ_{1c} stellt mit $a_c > 85\%$ den dominanten Beitrag zum Detektorsignal dar und ist auf die Thermalisierung des <u>Au</u>:Er-Sensors mit dem Wärmebad zurückzuführen. Die Zeitkonstante ist bestimmt durch das Verhältnis

$$\tau_{\rm 1c} = \frac{C_{\rm ges}}{G} \tag{7.7}$$

der Gesamtwärmekapazität C_{ges} des Kalorimeters und der thermischen Kopplung *G* an das Wärmebad. Sowohl die Gesamtwärmekapazität als auch die Ankopplung an das Wärmebad stellen temperaturabhängige Größen dar. Des Weiteren variiert die Wärmekapazität des <u>Au</u>:Er-Sensors mit dem felderzeugenden Dauerstrom in der Detektionsspule, so dass die in Abbildung 7.5 als Symbole dargestellte Temperaturund Dauerstromabhängigkeit der Zeitkonstanten τ_{1c} zu beobachten ist³. Wie in der Skizze angedeutet, entsprechen hierbei die Dreiecke Absorptionsereignissen in einem Pixel des Detektors, die Kreise Signalen aus dem anderen Pixel.

Die thermische Kopplung zwischen Kalorimeter und Wärmebad erfolgt in der

³Aus Konsistenzgründen wird im Folgenden auch bei hohen Temperaturen, wenn das Abklingen des Signals durch eine einzige Exponentialfunktion gut beschrieben wird, diese einzige Zeitkonstante τ_{1c} genannt.

hier diskutierten Detektorgeometrie über zwei Prozesse. Zum einen leiten Phononen einen gewissen Anteil der Wärme vom <u>Au</u>:Er-Sensor durch das Saphir-Substrat in den als Wärmebad fungierenden Chipträger. Zum anderen fließt die Wärme über die T-förmige Goldstruktur und die Gold-Drähte (siehe Kapitel 4.2) zum Wärmebad, wobei hier der Wärmetransport durch die Leitungselektronen getragen wird. Somit lässt sich die Wärmeleitung zwischen Detektor und Wärmebad als Parallelschaltung zweier Pfade mit dem Ausdruck

$$G(T) = G_{\rm e}(T) + G_{\rm ph}(T) = g_{\rm e}T + g_{\rm Au/Al_2O_3}A_{\rm s}T^3$$
(7.8)

beschreiben.

Der durch die Leitungselektronen bestimmte Beitrag besitzt eine lineare Temperaturabhängigkeit, die aus der im betrachteten Temperaturbereich temperaturunabhängigen freien Weglänge der Leitungselektronen resultiert. Somit ist der Vorfaktor g_e über das Wiedemann-Franz-Gesetz nur durch die Geometrie und die elektrische Leitfähigkeit der metallischen Verbindung zwischen Temperatursensor und Wärmebad bestimmt und beträgt für den hier beschriebenen Detektor $g_e = 633 \,\mathrm{nW/K^2}$. Hierbei wurde der thermische Widerstand der etwa vierzig Gold-Drähte, über die die T-förmige Gold-Struktur mit dem Chipträger verbunden wird, vernachlässigt.

Da das Saphir-Substrat aus einem Einkristall besteht, stellt dieses keinen Wärmewiderstand für den phononischen Pfad dar. Allerdings kommt es aufgrund der unterschiedlichen Schallgeschwindigkeiten und Dichten in <u>Au</u>:Er und Saphir an der Grenzfläche zu einem Sprung der akustischen Impedanz, durch den jeweils ein gewisser Anteil der einfallenden Phononen reflektiert wird. Der dadurch verursachte Wärmewiderstand führt zu einer endlichen thermischen Leitfähigkeit, die mit der Kontaktfläche zwischen Kalorimeter und Substrat, also in diesem Falle der Grundfläche A_s des <u>Au</u>:Er-Sensors, skaliert. Für den Vorfaktor g_{Au/Al_2O_3} kann mithilfe des Acoustic-Mismatch-Modells [Swa89] für einen Kontakt aus Gold und Saphir einen Wert von etwa 530 W/(K⁴m²) berechnet werden, während die T^3 -Abhängigkeit durch die Zustandsdichte der Phononen gegeben ist. Die gestrichelten Kurven in Abbildung 7.5 entsprechen dem gemäß Gleichung 7.7 und 7.8 zu erwartenden Verlauf der Zeitkonstanten.

Bei hohen Temperaturen zeigt sich eine gute Übereinstimmung zwischen den gemessenen Zeitkonstanten und der Erwartung. Zu niedrigen Temperaturen scheint das Kalorimeter jedoch zunehmend schneller mit dem Wärmebad zu thermalisieren als aus den zuvor angestellten Überlegungen zu schließen wäre. Dies wäre zu erklären, wenn die Gesamtwärmekapazität des Detektors geringer ausfällt als simuliert. Jedoch zeigt die in Abschnitt 7.4.2 durchgeführte Analyse der magnetischen Flussänderung pro Energieeintrag $\delta \Phi_S / \delta E$, die invers proportional zur Wärmekapazität ist, dass dies nicht der Fall ist. Gleichermaßen ist es unwahrscheinlich, dass die thermische Ankopplung an das Wärmebad wesentlich besser ausfällt als zu erwarten, da diese bei tiefen Temperaturen vom metallischen Beitrag dominiert wird und die Geometrie und elektrische Leitfähigkeit der T-Struktur hinreichend genau bekannt sind.

Die Vermutung, dass die Abweichungen im Thermalisierungsverhalten des betrachteten magnetischen Kalorimeters nicht durch dessen Wärmekapazitäten oder die thermische Ankopplung an das Wärmebad bedingt sind, wird durch die in Abbildung 7.5 als sternförmige Symbole enthaltenen Datenpunkte bestätigt. Diese stimmen wesentlich besser mit der Erwartung überein und wurden mit einem Kalorimeter von gleicher Bauart aufgenommen, wobei bei diesem nur eine der beiden parallel geschalteten mäanderförmigen Detektionsspulen mit einem <u>Au</u>:Er-Sensor und einem Röntgenabsorber bedeckt wurde. Da beide Detektoren auf dem gleichen Wafer strukturiert wurden, kann man davon ausgehen, dass die aufgebrachten Schichtdicken sowie die Erbium-Konzentration im Temperatursensor in erster Näherung identisch ausfallen. Somit scheint die verkürzte Thermalisierung durch die Anwesenheit des zweiten Sensors und Absorbers verursacht zu sein. Folgender Ansatz liefert eine Erklärung dieses Effekts.

Die Absorption eines Photons in einem der beiden Röntgenabsorber führt zu einer Temperaturerhöhung dieses Pixels. Die deponierte Energie fließt nun mit der zuvor berechneten Abklingzeit zum Wärmebad ab. Falls die beiden Temperatursensoren eine thermische Kopplung zueinander besitzen, die vergleichbar oder sogar besser als die zum Wärmebad ist, fließt ein Teil der Wärme in den zweiten Sensor und erhöht dessen Temperatur. Das von diesem Sensor erzeugte Flusssignal überlagert sich im SQUID-Magnetometer mit dem des anderen Pixels. Da die Änderungen des in das SQUID einkoppelnden magnetischen Flusses je nach Pixel unterschiedliche Polarität besitzen, wird durch dieses thermische Übersprechen das ursprüngliche Signal verringert.

Wie in Abschnitt 7.5 diskutiert, ist zwischen benachbarten, unabhängigen magnetischen Kalorimetern praktisch kein thermisches Übersprechen zu beobachten. Daher kann ausgeschlossen werden, dass die gute thermische Kopplung der beiden <u>Au</u>:Er-Sensoren zueinander ausschließlich durch das Saphir-Substrat und den Chipträger aus Messing gegeben ist. Es ist denkbar, dass während der Herstellung der Röntgenabsorber mittels galvanischer Abscheidung eine dünne Schicht aus Gold unter dem Fotolack entstanden ist, die einen elektrischen Kontakt und damit diese parasitäre thermische Verbindung zwischen den beiden Temperatursensoren erzeugt. Optisch konnte dies aufgrund des geringen Abstands der Röntgenabsorber und deren Dicke nicht überprüft werden. Ebenfalls war es nicht möglich, diese Verbindung durch eine Messung des elektrischen Widerstands zwischen beiden <u>Au</u>:Er-Sensoren zu bestätigen, da diese durch die Gold-Drähte zum Wärmebad ohnehin miteinander kurzgeschlossen sind.



Abb. 7.6 Signalgröße $\delta \Phi_{\rm S}/\delta E$ bei verschiedenen Temperaturen und felderzeugenden Dauerströmen. Kreise und Dreiecke entsprechen Absorptionsereignissen in den verschiedenen Pixeln des Kalorimeters.

Zum Teil würde diese Interpretation der zu schnellen Thermalisierung auch das bei niedrigen Frequenzen erhöhte Flussrauschen erklären, welches in Abschnitt 7.3 diskutiert wurde. Besitzen die beiden Pixel eine gute thermische Kopplung zueinander, so kann Energie zwischen diesen beiden Systemen fluktuieren. Eine statistisch bedingte Temperaturerhöhung des einen Pixels führt demnach zu einer entsprechenden Verringerung der Temperatur des anderen Pixels. Die dadurch im Detektor-SQUID erzeugten magnetischen Flusssignale besitzen die gleiche Amplitude und zudem die gleiche Polarität. Somit addieren sich beide Rauschbeiträge kohärent, so dass bei der Berechnung des Gesamtrauschens in Gleichung 4.5 der Ausdruck $S_{E_{\rm Z},{\rm TD}}$ für die thermodynamischen Energiefluktuationen durch $2S_{E_{\rm Z},{\rm TD}}$ ersetzt werden müsste.

7.4.2 Signalgröße

Entsprechend Gleichung 7.6 stellt die Signalgröße $\delta \Phi_{\rm S}^{\rm max}$ ein Maß für die im Kalorimeter deponierte Energie dar.

Abbildung 7.6 zeigt als Kreise und Dreiecke die aus den aufgezeichneten Detektorsignalen ermittelten Signalhöhen pro Energieeintrag $\delta \Phi_{\rm S}/\delta E$, wobei die unterschiedlichen Symbole Absorptionsereignissen in den beiden Pixeln des Kalorimeters entsprechen. Die gestrichelten Kurven geben die aus numerischen Simulationen zu erwartenden Flussänderungen im Detektor-SQUID pro Energieeintrag wieder, welche aus den thermodynamischen Größen des Detektors und der Magnetfeldverteilung im <u>Au</u>:Er-Sensor berechnet wurden.

Messung und Erwartung weisen insgesamt eine gute Übereinstimmung auf. Bei

tiefen Temperaturen treten jedoch insbesondere für den niedrigsten felderzeugenden Dauerstrom leichte Abweichungen auf. Da es sich hierbei um den Datensatz mit der geringsten Wärmekapazität des <u>Au</u>:Er-Sensors handelt, ist der Einfluss von parasitären Wärmekapazitäten, zum Beispiel verursacht durch das Material der Detektionsspule, der Isolationsschicht unter dem <u>Au</u>:Er-Sensor und der metallischen Verbindung zum Wärmebad, in diesem Fall am stärksten ausgeprägt.

Die Existenz einer zusätzlichen, temperaturunabhängigen Wärmekapazität von etwa $C_{\text{extra}} \approx V_{\text{s}} \cdot 5 \text{ J/(Km}^3)$, wie sie in [Fle09] und [Sch12] für mittels Kathodenzerstäubung hergestellte Gold- und <u>Au</u>:Er-Schichten diskutiert wird, kann für den hier präsentierten Detektor weder bestätigt noch wiederlegt werden, da diese je nach Magnetfeldstärke weniger als 2,5 % der Gesamtwärmekapazität ausmachen würde und damit innerhalb der Messgenauigkeit nicht aufgelöst werden kann.

Des Weiteren ist zu beobachten, dass die als Dreiecke dargestellten Datenpunkte systematisch unterhalb den zugehörigen kreisförmigen Symbole liegen. Dies steht im Einklang mit der in Abschnitt 7.2 behandelten Temperaturabhängigkeit der Magnetisierung, nach der aufgrund der Asymmetrie der beiden Pixel des Detektors identische Temperaturerhöhungen zu Magnetisierungsänderungen führen, die um etwa 2,9% verschieden sind.

7.4.3 Signalanstieg

Der Signalanstieg, der nach Absorption von einzelnen Photonen der 59,5 keV-Linie der ²⁴¹Am-Quelle zu beobachten ist, ist in Abbildung 7.7 dargestellt. Man erkennt, dass die gezeigten Signale voneinander und von einem einfach exponentiellen Anstieg gemäß der Punktantwortfunktion aus Gleichung 3.26 abweichen. Lediglich die ersten 80 bis 90% der Signalhöhe können durch einen exponentiellen Anstieg mit einer Zeitkonstanten von etwa 240 ns beschrieben werden. Hierbei wird für alle Signale, auch für die der anderen Spektrallinien, unabhängig von deren Maximalwert in etwa die gleiche Zeitkonstante für diesen ersten schnellen Anstieg beobachtet. Daraus lässt sich schließen, dass der Signalanstieg nicht durch die Bandbreite oder die Signal-Folge-Geschwindigkeit des SQUID-Aufbaus limitiert ist.

Da die Punktantwortfunktion unter der Annahme hergeleitet wurde, dass sowohl die Leitungselektronen im Absorber als auch die magnetischen Momente des <u>Au</u>:Er-Sensors jeweils eine einheitliche Temperatur besitzen, ist es naheliegend anzunehmen, dass die hier beobachtete Variation der Signalform auf die endliche Diffusionsgeschwindigkeit innerhalb des Kalorimeters zurückzuführen ist.

Mithilfe des Finite-Elemente-Programms OpenFOAM⁴ wurde die Wärmediffu-

⁴Open Source Field Operation and Manipulation, Version 1.6, Silicon Graphics International



Abb. 7.7 a) Beobachtete Formen des Signalanstiegs. b) OpenFOAM-Simulation des Signalanstiegs nach einem Wärmeeintrag an verschiedenen Positionen im Röntgenabsorber.

sion innerhalb des Detektors als dreidimensionales Problem numerisch simuliert. Hierbei wurden der Röntgenabsorber, der Temperatursensor sowie die metallische Verbindung zum Wärmebad in etwa $2 \cdot 10^5$ diskrete Volumina V_i aufgeteilt und für diese die Laplace-Gleichung

$$\frac{\partial T_i}{\partial t} = \frac{1}{c_i} \nabla \left(\kappa_i \nabla T_i \right) \tag{7.9}$$

bezüglich den Temperaturen T_i gelöst. Die Größen c_i und κ_i bezeichnen die spezifische Wärme pro Volumen und die Wärmeleitfähigkeit des *i*-ten Volumenelements. Zur Vereinfachung wurde trotz der inhomogenen Magnetfeldverteilung innerhalb des <u>Au</u>:Er-Sensors angenommen, dass alle Zellen des Sensors die gleiche spezifische Wärme besitzen. Des Weiteren wurde vernachlässigt, dass die magnetischen Momente mit einer zeitlichen Verzögerung, die durch die Korringa-Konstante (siehe Gleichung 3.27) gegeben ist, auf eine Temperaturerhöhung der Leitungselektronen reagieren.

Abbildung 7.7b zeigt als Ergebnis der Simulation den zeitlichen Verlauf der mittleren Erhöhung der Sensortemperatur $T_{\rm s}$. Die verschiedenen Kurven entsprechen hierbei unterschiedlichen Positionen des Wärmeeintrags, wie sie in der Skizze in Abbildung 7.7b markiert sind. In allen drei Fällen betrug der vertikale Abstand der Position des Wärmeeintrags zu dem Temperatursensor 120 µm. Man erkennt, dass die Simulation zumindest qualitativ die im Experiment beobachteten Variationen im Signalanstieg erklären kann.

Corporation, Freeware, www.openfoam.org.



Abb. 7.8 Simulierte Temperaturprofile des <u>Au</u>:Er-Sensors zu verschiedenen Zeiten nach einem Wärmeeintrag an der jeweils skizzierten Position im Röntgenabsorber mit einem vertikalen Abstand von $120 \,\mu\text{m}$ zum Temperatursensor.

In Abbildung 7.8 sind die entsprechenden Temperaturprofile innerhalb des Sensors zu verschiedenen Zeitpunkten dargestellt, wobei sich in dieser Darstellung die thermische Verbindung zum Wärmebad am rechten Rand der Abszisse befindet. Wie man sieht, besitzt der <u>Au</u>:Er-Sensor jeweils erst nach etwa 50 µs eine homogene Temperatur, während zu früheren Zeitpunkten große Temperaturgradienten vorhanden sind. Außerdem unterscheiden sich die Temperaturprofile stark je nach Position des Wärmeeintrags im Röntgenabsorber.

In einer Weiterentwicklung des in dieser Arbeit vorgestellten magnetischen Kalorimeters wurde bereits damit begonnen, diesen Effekt der positionsabhängigen Form des Signalanstiegs durch eine thermisch schlechtere Ankopplung des Röntgenabsorbers an den Temperatursensor zu minimieren. Dies wird dadurch realisiert, dass der Absorber nicht mehr vollflächigen Kontakt zu dem <u>Au</u>:Er-Sensor besitzt, sondern nur über mehrere auf den Sensor aufgebrachten Gold-Säulen mit diesem verbunden ist. Dadurch breitet sich die Wärme zunächst über das Volumen des Röntgenabsorbers aus, bevor sie etwa gleichzeitig durch alle Säulen in den Temperatursensor fließt. Somit sollte das Temperaturprofil im <u>Au</u>:Er-Sensor eine geringere Abhängigkeit von der Position der Absorption aufweisen.

7.5 Übersprechen zwischen benachbarten Kalorimetern

In Kapitel 7.3 wurde beobachtet, dass das untersuchte magnetische Kalorimeter ein im Vergleich zur Erwartung erhöhtes Rauschen aufweist. Wie dort bereits diskutiert wurde, könnte dies auf Signale zurückzuführen sein, die nach Absorption eines Röntgenphotons in den benachbarten Kalorimetern entstehen.



Abb. 7.9 Magnetische Flussänderung $\delta \Phi_{\rm S}$ nach Absorption eines Röntgenphotons. Die blaue Kurve entspricht dem Signal des Kalorimeters, in dem das Photon absorbiert wurde, die rote Kurve Übersprechen in einem benachbarten Kalorimeter. Man beachte die unterschiedliche Skalierung der Flussänderung.

Um dieses Übersprechen näher zu untersuchen wurden die magnetischen Flusssignale zweier direkt benachbarter Kalorimeter simultan aufgezeichnet, während in einem davon Röntgenphotonen absorbiert wurden.

Abbildung 7.9 zeigt die Antwort des getroffenen Kalorimeters in blau und das gleichzeitig aufgezeichnete Signal von dessen Nachbarn in rot. Man beachte, dass sich die Skalierung der Ordinate für beide Kurven um drei Größenordnungen unterscheidet. Demnach erzeugt die Absorption eines Röntgenphotons im benachbarten Kalorimeter eine magnetische Flussänderung, deren Amplitude etwa 0,07 % der des direkten Signals entspricht.

Auch wenn die Absorption in dem anderen Pixel des getroffenen Detektors stattfindet, also für negative Flussänderungen, kann ein ähnlich großes Übersprechsignal im benachbarten Kalorimeter beobachtet werden. Verwunderlich ist, dass das Übersprechsignal ebenfalls negative Polarität besitzt. Da nur eine der beiden Detektionsspulen des nichtgetroffenen Kalorimeters mit einem Temperatursensor bestückt ist, wie in Abbildung 7.9 skizziert, handelt es sich bei dem beobachteten Effekt also nicht um thermisches Übersprechen.

Somit scheint es sich hier um elektromagnetisches Übersprechen zwischen den Detektionsspulen der beiden Kalorimeter zu handeln. Der Strom in der Detektionsspule des getroffenen Kalorimeters induziert demnach Magnetfelder, die wiederum einen Strom in der benachbarten Detektionsspule erzeugen. Dass das Übersprechsignal, wie in Abbildung 7.9 ersichtlich, mit einer Anstiegszeit von etwa 75 µs wesentlich langsamer als das direkte Flusssignal ansteigt, ist vermutlich darauf zurückzuführen, dass die hochfrequenten Komponenten des induzierten Magnetfelds in dem <u>Au</u>:Er-Sensor und dem Röntgenabsorber aus Gold Wirbelströme generieren und diese somit



Abb. 7.10 a) Schema der aktuellen Geometrie der mäanderförmigen Detektionsspule. b) Mögliche neue Geometrie zur Reduzierung des elektromagnetischen Übersprechens zwischen benachbarten Detektoren.

nicht durchdringen können. Somit wirken <u>Au</u>:Er-Sensor und Röntgenabsorber als Tiefpassfilter auf das ausgesandte elektromagnetische Signal. Mithilfe von Finite-Elemente-Simulationen konnte gezeigt werden, dass die Gegeninduktivität zweier benachbarter Detektionsspulen bei Frequenzen oberhalb von etwa 10 kHz durch die Anwesenheit des <u>Au</u>:Er-Sensors und des Röntgenabsorbers in der Tat einbricht, was die hier angestellte Interpretation unterstützt.

Da vor allem die senkrecht zu den Streifen des Mäanders verlaufenden Leiterbahnen des getroffenen Kalorimeters dieses elektromagnetische Übersprechsignal in Richtung der benachbarten Detektoren aussenden, könnte man in der nächsten Entwicklungsstufe eine andere Geometrie der Detektionsspulen wählen. In Abbildung 7.10a ist die aktuelle Spulengeometrie skizziert. Die Pfeile deuten die Stromrichtung des Signals entlang des Randes der mäanderförmigen Spule an. Bei solch einer Geometrie würde über die gesamte Länge des benachbarten Detektors das gleiche Übersprechsignal erzeugt werden. Kehrt man jedoch, wie in Abbildung 7.10b dargestellt, die Richtung des Stroms auf der Hälfte der Länge um, so erzeugen beide Hälften elektromagnetische Signale mit entgegengesetzter Polarität, die sich somit gegenseitig aufheben.

7.6 Energieauflösung

Wie in Kapitel 6.6 erläutert, wird über einen auf der Idee des Optimalen Filterns basierenden Algorithmus jedem Detektorsignal eine Energie des absorbierten Photons zugeordnet. Wegen des Rauschens des Detektoraufbaus weisen die einzelnen Signale



Abb. 7.11 a) ⁵⁵Mn K_{α}-Linie der ⁵⁵Fe-Quelle. In grün ist die natürliche Linienform nach [Höl97] dargestellt. Die rote Kurve entspricht einer an das Histogramm angepassten Faltung der natürlichen Linienform mit einer Gauß-Verteilung. b) Verteilung der Ruhesignale während der Aufzeichnung des Spektrums der ⁵⁵Fe-Quelle. Die rote Kurve stellt eine an das Histogramm angepasste Gauß-Verteilung dar.

trotz gleicher deponierter Energiemenge leichte Unterschiede auf, wodurch die Zuordnung etwas fehlerbehaftet ist. Zusätzlich führen Schwankungen der Temperatur des Kryostaten zu systematischen Variationen der Signalhöhen auf einer Zeitskala von Minuten bis Stunden. Daher ist es nötig, eine Temperaturkorrektur der zugeordneten Amplitude durchzuführen, wobei das Magnetisierungssignal des Detektors vor dem Auslösen des Triggers als Thermometer dient.

Stellt man die Verteilung der zugeordneten Energien als Histogramm dar, erhält man das aufgezeichnete Spektrum. Abbildung 7.11a zeigt die auf diese Weise bei einer Detektortemperatur von 17 mK bestimmte ⁵⁵Mn K_{α}-Linie der ⁵⁵Fe-Kalibrationsquelle. Die rote Kurve ist hierbei eine an die Daten angepasste Faltung der in [Höl97] dokumentierten und hier grün dargestellten natürlichen Linienform mit einer Gauß-Verteilung

$$G(x) = \frac{1}{2\pi\sigma} e^{-E^2/(2\sigma^2)} \quad , \tag{7.10}$$

deren Breite $\sigma = \Delta E_{\rm FWHM}/(2\sqrt{2 \ln 2})$ die Energieauflösung des Detektors widerspiegelt. Man erhält die beste Anpassung für eine Energieauflösung von $\Delta E_{\rm FWHM} = 41 \, {\rm eV}$.

Man erkennt, dass auf der niederenergetischen Flanke der Spektrallinien mehr Ereignisse auftreten, als durch die angepasste Kurve zu erwarten sind. Dies lässt sich auf folgenden Effekt zurückführen. Bei der Absorption eines Röntgenphotons geht ein Teil dessen Energie in athermische Phononen über, welche den paramagnetischen Temperatursensor durchqueren, ohne die Energie an die darin enthaltenen magnetischen Momente zu übergeben. Demzufolge geht dieser Anteil der im Detektor deponierten Energie an das Substrat verloren und das Detektorsignal fällt dementsprechend kleiner aus.

Nach jedem fünften durch die Absorption eines Photons verursachten Signal wurde ein Zeitfenster aufgezeichnet, während dem der Trigger nicht auslöste und das somit nur das magnetische Flussrauschen des Detektoraufbaus enthält. Wendet man den gleichen Algorithmus, durch den den Photonsignalen eine Energie zuordnet wird, auf diese sogenannten Ruhesignale an, erhält man die in Abbildung 7.11b wiedergegebene, um E = 0 zentrierte Verteilung von Ereignissen. Die rote Kurve stellt eine an die gemessene Verteilung angepasste Gauß-Verteilung dar, die wiederum eine Halbwertsbreite von 41 eV besitzt. Da es sich hierbei um den durch das Detektorrauschen verursachten Beitrag zur Energieauflösung handelt, kann daraus geschlossen werden, dass bei den mit der ⁵⁵Fe-Quelle erreichbaren Photonenergien kein zusätzlicher Effekt auftritt, durch den sich die Energieauflösung energieabhängig verschlechtert. Im Gegensatz zu Halbleiterdetektoren ist dies für magnetische Kalorimeter im linearen Bereich zu erwarten.

Außerdem stimmt die aus der Verteilung der Ruhesignale und aus der Form der K_{α}-Linie von ⁵⁵Mn ermittelten Energieauflösungen gut mit dem aus den numerischen Simulationen vorhergesagten Wert von 38 eV überein, wenn man berücksichtigt, dass während dieser Messung das SQUID-Magnetometer ein vergleichsweise hohes weißes Rauschen von 1,5 $\mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$ aufwies.

Auf gleiche Weise kann mithilfe der γ -Linien der ²⁴¹Am-Quelle die Energieauflösung bei höheren Energien bestimmt werden. Da diese im Vergleich zu den Fluoreszenzlinien eine sehr geringe natürliche Linienbreite aufweisen, kann hier die beobachtete Linienform direkt durch eine Gauß-Verteilung beschrieben und somit die Energieauflösung einfacher bestimmt werden. Abbildung 7.12a zeigt die aufgezeichnete ²³⁷Np γ -Linie bei 59,5 keV und die daran angepasste Gauß-Verteilung. Die so bestimmte Energieauflösung fällt mit $\Delta E_{\rm FWHM} = 62 \,\text{eV}$ deutlich schlechter aus als der bei 5,9 keV bestimmte Wert. Die gleiche Energieauflösung lässt sich auch für die 26,3 keV-Linie bestimmen. Wie in Abbildung 7.12b zu sehen ist, besitzt die zeitgleich mit dem Spektrum aufgezeichnete Verteilung der Ruhesignale jedoch nur eine Halbwertsbreite von $\Delta E_{\rm FWHM} = 53 \,\text{eV}$. Somit scheinen hier Effekte aufzutreten, die entweder erst im Energiebereich oberhalb der ⁵⁵Mn-Linien beobachtbar sind oder generell auf die Verwendung der ²⁴¹Am-Quelle zurückgeführt werden können. Ein möglicher Interpretationsansatz soll im Folgenden erläutert werden.

Die von der ²⁴¹Am-Quelle emittierten Photonen besitzen aufgrund der höhe-



Abb. 7.12 a) Dominante ²³⁷Np γ -Linie der ²⁴¹Am-Quelle. Die rote Kurve entspricht einer an das Histogramm angepassten Gauß-Verteilung. b) Verteilung der Ruhesignale während der Aufzeichnung des Spektrums der ²⁴¹Am-Quelle. Die rote Kurve stellt eine an das Histogramm angepasste Gauß-Verteilung dar.

ren Energie eine größere Eindringtiefe in den Röntgenabsorber als die des ⁵⁵Mn-Spektrums. Somit variiert die Position, an der die höherenergetischen Röntgenphotonen ihre Energie deponieren, über einen größeren Bereich des Absorbervolumens. Aufgrund einer Positionsabhängigkeit der Signalform könnte den Photonen je nach Absorptionsort eine leicht unterschiedliche Energie zugeordnet werden.

7.7 Linearität

Den absorbierten Röntgenphotonen wird gemäß Gleichungen 3.3 und 3.20 eine Energie $E_{\rm m} \propto \delta \Phi_{\rm S}$ zugeordnet, wobei $\delta \Phi_{\rm S}$ die durch den Energieeintrag verursachte magnetische Flussänderung im Detektor-SQUID bezeichnet. Diese "gemessene Energie" ist in Abbildung 7.13a als Funktion der tatsächlichen Energie E für die fünf dominantesten Linien der ²⁴¹Am-Quelle aufgetragen. Obwohl es in dieser Darstellung kaum zu erkennen ist, weisen alle Datenpunkte eine Abweichung von der grün eingezeichneten Geraden $E_{\rm m} = E$ auf. Zur Verdeutlichung ist in Abbildung 7.13b als gefüllte Kreise die Differenz zwischen "gemessener" und tatsächlicher Energie gezeigt.

Die Abweichung wird dadurch verursacht, dass die thermodynamischen Größen des magnetischen Kalorimeters sich verändern, sobald die Absorption eines Röntgenphotons eine Temperaturänderung bewirkt. Somit ist die Energieabhängigkeit der magnetischen Flussänderung durch eine komplexe Funktion gegeben, die durch



Abb. 7.13 a) Gemessene Energie als Funktion der tatsächlichen Photonenergie. b) Differenz zwischen gemessener und tatsächlicher Photonenergie.

eine Taylor-Entwicklung

$$\delta \Phi_{\rm S} = \frac{\partial \Phi_{\rm S}}{\partial E} E + \frac{1}{2} \frac{\partial^2 \Phi_{\rm S}}{\partial E^2} E^2 + \dots$$
(7.11)

zum Beispiel bis zum zweiten Term angenähert werden kann. Dadurch ergibt sich für die gemessene Energie

$$E_{\rm m} = \left(\frac{\partial \Phi_{\rm S}}{\partial E}\right)^{-1} \delta \Phi_{\rm S} = (1 + \eta(E)) E \tag{7.12}$$

mit der sogenannten Nichtlinearität

$$\eta(E) = \frac{1}{2} \left(\frac{\partial \Phi_{\rm S}}{\partial E}\right)^{-1} \frac{\partial^2 \Phi_{\rm S}}{\partial E^2} E \quad . \tag{7.13}$$

Mithilfe von Gleichung 3.1 kann dieser Ausdruck zu

$$\eta(E) = \frac{E}{2C_{\text{ges}}} \left(\frac{\partial \Phi_{\text{S}}}{\partial E}\right)^{-1} \frac{\partial}{\partial T} \frac{\partial \Phi_{\text{S}}}{\partial E}$$
(7.14)

umgeformt werden.

Der in dieser Arbeit beschriebene Detektor besitzt bei einer Temperatur von 25 mK eine Gesamtwärmekapazität von 655 pJ/K. Die Flusssensitivität im SQUID beträgt $\frac{\partial \Phi_{\rm S}}{\partial E} = 0.3 \,\mathrm{m}\Phi_0/\mathrm{eV}$ und deren Ableitung nach der Temperatur $\frac{\partial}{\partial T} \frac{\partial \Phi_{\rm S}}{\partial E} = -13.5 \,\mathrm{m}\Phi_0/(\mathrm{eVK})$. Somit würde man für diesen Detektor eine Nichtlinearität von

 $\eta(E)/E \approx -5.5 \cdot 10^{-9} \,\mathrm{eV^{-1}}$ erwarten, was zu der in Abbildung 7.13b als rote Kurve dargestellten Abweichung führt.

Zur korrekten Beschreibung der Datenpunkte durch die blaue Kurve muss jedoch eine Nichtlinearität von $\eta(E)/E = -1.76 \cdot 10^{-7} \,\mathrm{eV^{-1}}$ angenommen werden.

Um diese etwa dreißigfach erhöhte Nichtlinearität zu verstehen, muss die endliche Ausbreitungsgeschwindigkeit der Wärme innerhalb des Röntgenabsorbers und des Temperatursensors berücksichtigt werden. Wie in Abbildung 7.8 dargestellt, befindet sich der Detektor in den ersten Mikrosekunden nach Absorption eines Röntgenphotons nicht im thermischen Gleichgewicht. Vielmehr ist die eingetragene Wärme nur über einen Teil des Absorber- und Sensorvolumens verteilt, während andere Bereiche noch die Temperatur des Wärmebads besitzen. Dies führt dazu, dass die Gesamtwärmekapazität C_{ges} in Gleichung 7.14 durch eine effektive Wärmekapazität C_{eff} ersetzt werden muss, welche dem zu dem jeweiligen Zeitpunkt bereits erwärmten Anteil des Detektors entspricht. Von dem Auswertealgorithmus, mit dessen Hilfe jedem Signal eine relative Amplitude und damit eine Energie zugeordnet wird, werden Werte nahe des Signalmaximums besonders stark gewichtet. Da zu diesem Zeitpunkt, wie in Abschnitt 7.4.3 diskutiert wird, der Detektor noch keine einheitliche Temperatur besitzt, ist die gemessene Nichtlinearität somit besonders stark ausgeprägt. Verändert man den Algorithmus so, dass das Maximum nicht berücksichtigt wird, verringert sich die Nichtlinearität, wie in Abbildung 7.13b als offene Kreise und gestrichelte Kurve dargestellt, auf $\eta(E)/E = -1.24 \cdot 10^{-7} \,\mathrm{eV}^{-1}$.

Die verbleibende, immer noch beträchtliche, Abweichung zu der Erwartung von $-5.5 \cdot 10^{-9} \,\mathrm{eV^{-1}}$ ist vermutlich darauf zurückzuführen, dass die Photonen je nach Energie unterschiedlich tief in den Röntgenabsorber eindringen. So werden 59,5 keV-Photonen im Mittel nach etwa 125 µm gestoppt, während die mittlere Eindringtiefe bei 26,3 keV nur 14 µm beträgt. Somit erreicht die deponierte Wärme bei höherenergetischen Photonen zu einem etwas früheren Zeitpunkt den <u>Au</u>:Er-Sensor und fließt damit auch früher an das Substrat ab, was zu einer Verringerung der Signalhöhe während des übrigen Verlaufs des Signals führt.

Wie die Variation im Signalanstieg sollte diese verstärkte Abweichung von einem linearen Verhalten durch eine schlechtere thermische Kopplung zwischen Röntgenabsorber und Temperatursensor in der nächsten Detektorgeneration signifikant verringert werden, da in diesem Falle das Temperaturprofil des <u>Au</u>:Er-Sensors homogener ausfallen sollte.

7.8 Spektrum der ²⁴¹Am-Quelle

Neben der zuvor behandelten Detektorcharakterisierung kann aus den aufgezeichneten Röntgensignalen wegen der guten Energieauflösung des Detektors natürlich auch ein hochaufgelöstes Spektrum der ²⁴¹Am-Quelle gewonnen werden. Dieses setzt sich, wie in Abschnitt 6.3.2 bereits erläutert, aus Kernübergängen des Tochterkerns ²³⁷Np und den Linien des Neptunium-Fluoreszenzspektrums, die Übergängen in die L-Schalen der Elektronenhülle entsprechen, zusammen.

Zur Erhöhung der Statistik wurden mehrere individuelle Spektren, deren Aufzeichnung jeweils zwischen 17 und 24 Stunden dauerte, zu einem zusammengefasst. Jedes Einzelspektrum wurde zuvor auf Temperaturschwankungen und Nichtlinearität (siehe Abschnitt 7.7) korrigiert und mittels der 59,5 keV-Linie kalibriert. Um kleine Variationen der Energiekalibration zu korrigieren, wurde jeweils die Korrelation

$$K(\xi) = \frac{1}{E_{\max}} \int_{0}^{E_{\max}} N_i(E) N_j(\xi E) dE$$
 (7.15)

zwischen zwei Spektren $N_i(E)$ und $N_j(E)$ durch Anpassung des Skalierungsfaktors $\xi \approx 1$ maximiert, bevor diese entsprechend

$$N_{i\&j}(E) = N_i(E) + N_j(\xi E)$$
(7.16)

zu einem Spektrum kombiniert wurden. Der Skalierungsfaktor ξ fiel dabei meist so aus, dass die Signale mit der höchsten im Spektrum N_j auftretenden Energie bei der gewählten Intervallbreite des Histogramms von 6 eV um maximal ein bis zwei Intervalle "verschoben" wurden.

Abbildung 7.14 zeigt den Ausschnitt des resultierenden Gesamtspektrums zwischen 10 keV und 24 keV, der die Neptunium-Fluoreszenzlinien enthält, während in Abbildung 7.15 die Linien der Kernübergänge bei 26,3 keV, 33,2 keV, 43,4 keV und 59,5 keV dargestellt sind.

Abb. 7.14 (nächste Seite) Ausschnitt des Spektrums der ²⁴¹Am-Quelle. Die Linien ohne Elementbezeichnung entsprechen Neptunium-Fluoreszenzlinien. In grün sind die in Abschnitt 7.8.2 diskutierten angepassten Kurven $K_i(E)$ und in rot deren Summe dargestellt. Um die weniger dominanten Spektrallinien besser erkennen zu können, wurde die Skalierung der Ordinate so gewählt, dass der Abstand zur Abszisse der Quadratwurzel der Ereignisse entspricht. Gleiches gilt für die Ordinaten in den Abbildungen 7.15 und 7.16.





Abb. 7.15 Kernübergänge von ²³⁷Np der ²⁴¹Am-Quelle. Zur Skalierung der Ordinate siehe Abbildung 7.14.

7.8.1 Beobachtete Linien im Gesamtspektrum

Die Energieauflösung des im Rahmen dieser Arbeit entwickelten magnetischen Kalorimeters ist etwa einen Faktor zwei besser als die des in [Lép08] verwendeten Germanium-Halbleiterdetektors. Dies führt dazu, dass trotz geringerer detektierter Ereignisse die Linien des Spektrums weniger stark überlappen und damit eindeutiger zu identifizieren sind. Besonders gut lässt sich dies in Abbildung 7.14c bei der Linie um 22,2 keV erkennen, die erstmals die Unterscheidung zwischen dem $L_{\gamma 4'}$ und dem $L_{\gamma 4}$ -Übergang erlaubt. Wie aus Abbildung 7.14 hervorgeht, treten in dem aufgezeichneten Spektrum neben den Fluoreszenzlinien von Neptunium weitere Spektrallinien auf. Insbesondere im Energiebereich zwischen 10 keV und 13 keV in Abbildung 7.14a sind Linien zu beobachten, die dem Fluoreszenzspektrum von Blei zugeordnet werden können. Vermutlich wird das Material des Kollimators, der sich direkt über dem Detektor befindet, sowie der magnetischen Abschirmung von der ²⁴¹Am-Quelle angeregt und emittiert die beobachteten Röntgenphotonen. Diese Vermutung könnte in zukünftigen Detektoraufbauten verifiziert werden, bei denen statt Blei ein anderes Material für die magnetische Abschirmung und den Kollimator verwendet wird. Denkbar wäre zum Beispiel eine Abschirmung aus Niob oder wie in [Por11] aus Cryoperm⁵. Für den Kollimator würde sich die Verwendung eines Gold- oder Platin-Blechs anbieten.

Bei einer Energie von 16,925 keV ist klar eine Spektrallinie zu erkennen, die jedoch nur schwer mit einer der in [Bea67], [Des03] oder [Eks99] dokumentierten Linien zu identifizieren ist. Eventuell handelt es sich um die $L_{\beta6}$ -Linie von Americium (16,891 keV), um den $N_3 \rightarrow L_3$ -Übergang von Plutonium (16,933 keV) oder um die $L_{\beta3}$ -Linie von Protactinium (16,934 keV). Gleichermaßen könnte die Linie bei 17,664 keV den Fluoreszenzspektren der drei zuvor genannten Elemente entstammen und ließe sich als $L_{\beta7}$ '-Übergang von Plutonium (17,631 keV), als $L_{\beta9}$ -Linie von Protactinium (17,666 keV) oder als $L_{\beta2}$ -Linie von Americium (17,678 keV) identifizieren. Da die Quelle vorwiegend aus Americium besteht, ist es natürlich naheliegend, dass die beiden Linien dem Fluoreszenzspektrum dieses Elements entstammen. Allerdings wird Americium aus Plutonium erbrütet, so dass auch Überreste dieses Elements in der Quelle enthalten sein könnten. Des Weiteren handelt es sich bei ²³⁷Np, dem Zerfallsprodukt von ²⁴¹Am, nicht um ein stabiles Isotop. Vielmehr zerfällt es mit einer Halbwertszeit von etwa 2 · 10⁶ Jahren in ²³³Pa, welches somit ebenfalls einen geringen Anteil des Materials der Quelle ausmacht.

Wie aus Abbildung 7.16 hervorgeht, sind im Energiebereich zwischen 6 keV und 10 keV sowie um 48 keV und 50 keV einige Linien zu beobachten, die sich als sogenannte Escape-Linien identifizieren lassen. Diese entstehen, wenn ein Röntgenphoton mit Energie E ein Gold-Atom im Röntgenabsorber ionisiert und somit eine Leerstelle in der L- oder einer höheren Schale erzeugt⁶. Diese wird daraufhin durch ein Elektron einer höheren Schale aufgefüllt, wobei die Energiedifferenz E_{Au} unter anderem in Form eines Röntgenphotons freigesetzt werden kann. Wird dieses Sekundärphoton nun nicht wieder im Röntgenabsorber gestoppt, beobachtet man demnach ein Signal, dem die Energie $E - E_{Au}$ zugeordnet wird. Bei den beobachteten Linien handelt es sich um die dominanten Übergänge des Neptunium-Fluoreszenzspektrums und um die γ -Linie bei 59,5 keV, die um die Energie der

⁵Vakuumschmelze GmbH & Co. KG, Grüner Weg 37, 63450 Hanau, www.vacuumschmelze.de.

 $^{^6\}mathrm{Die}$ Ionisation der K-Schale ist aufgrund der hohen Bindungsenergie von $80,7\,\mathrm{keV}$ im hier betrachteten Fall nicht möglich.



Abb. 7.16 Photon-Escape-Linien in dem aufgezeichneten Spektrum der ²⁴¹Am-Quelle, die durch Anregung der Gold-Atome im Röntgenabsorber entstehen. Zur Skalierung der Ordinate siehe Abbildung 7.14.

 $L_{\alpha 1}$ - (9,713 keV), $L_{\alpha 2}$ - (9,628 keV), $L_{\beta 1}$ - (11,442 keV), $L_{\beta 2}$ - (11,582 keV) beziehungsweise $L_{\gamma 1}$ -Linie (13,378 keV) des Fluoreszenzspektrums von Gold reduziert werden. In Abbildung 7.16a kann lediglich die mit einem Fragezeichen markierte Linie bei einer Energie von 8,621 keV nicht durch die Differenz zwischen einem Übergang im Neptunium-Fluoreszenzspektrums und einer Spektrallinie von Gold erklärt werden. Die beste Übereinstimmung mit einer der in [Bea67, Des03, Eks99] dokumentierten Linien liefern der $K_{\alpha 1}$ - (8,639 keV) und der $K_{\alpha 2}$ -Übergang (8,616 keV) von Zink, die aufgrund von Fluoreszenzanregungen im Messing des Chipträgers oder der Halterung der Quelle entstehen könnten.

7.8.2 Parameter der Spektrallinien

Aus dem gerade diskutierten Gesamtspektrum wurden auch die Parameter der Neptunium-Fluoreszenzlinien sowie der γ -Linien von ²³⁷Np bestimmt. Dazu werden an das Spektrum die in den Abbildungen 7.14 und 7.15 grün dargestellten Kurven $K_i(E)$ angepasst, die man wie folgt bestimmt. Die natürliche Form der Spektrallinien kann als um die Energie E_i zentriertes Lorentz-Profil

$$L_{i}(E) = \frac{I_{i} \Gamma_{i}/2}{(\Gamma_{i}/2)^{2} + (E - E_{i})^{2}}$$
(7.17)

beschrieben werden. Die natürlichen Linienbreiten Γ_i wurden hierbei aus den in [Cam01] wiedergegebenen natürlichen Breiten der Energieniveaus der L-, M- und N-Schalen berechnet. Der Parameter I_i stellt die Intensität der Linie dar. Im Experiment ist jedoch nicht die unverfälschte natürliche Linienform zu beobachten. Vielmehr führen mehrere Effekte, die im Folgenden diskutiert werden, zu einer Deformation des Linienprofils.

So weist der Röntgenabsorber des Kalorimeters je nach Energie des Photons eine unterschiedliche Absorptionswahrscheinlichkeit $p_{a}(E)$ auf, die eine Deformation des Lorentz-Profils zu $p_{a}(E)L_{i}(E)$ bewirkt.

Gleichermaßen ist zu berücksichtigen, dass das als Kollimator fungierende Blei-Blech trotz seiner Dicke von 800 µm eine gewisse Transparenz $t_{Pb}(E)$ für die einfallenden Röntgenphotonen besitzt. Somit ist die Wahrscheinlichkeit für ein von der Quelle in Richtung des Röntgenabsorbers emittiertes Photon, den Kollimator zu passieren, gegeben durch

$$p_{\rm K}(E) = \frac{A_{\rm o}}{A_{\rm a}} + \frac{A_{\rm a} - A_{\rm o}}{A_{\rm a}} t_{\rm Pb}(E) \quad ,$$
 (7.18)

wobei $A_{\rm a}$ die Absorberfläche und A_{\circ} die Größe der Kollimatoröffnung bezeichnen.

Außerdem werden einige der bei dem Zerfall der ²⁴¹Am-Atome entstehenden Photonen bereits vom Material und der Kapselung der Quelle absorbiert. Der Anteil

$$p_{\rm Q}(E) = t_{\rm Al_2O_3}(E) t_{\rm Be}(E) \tag{7.19}$$

der Photonen, die die Quelle verlassen, ist somit durch die energieabhängige Transparenz der 400 µm dicken Al₂O₃-Keramik $t_{Al_2O_3}(E)$, in der die ²⁴¹Am-Atome vermutlich homogen verteilt sind, und der des 250 µm dicken Beryllium-Fensters $t_{Be}(E)$ bestimmt.

Berücksichtigt man alle zuvor genannten Prozesse, wird die natürliche Linienform $L_i(E)$ zu

$$\Lambda_i(E) = p_{\mathbf{Q}}(E) \, p_{\mathbf{K}}(E) \, p_{\mathbf{a}}(E) \, L_i(E) \tag{7.20}$$

verzerrt. In Abbildung 7.17 sind die Wahrscheinlichkeiten $p_{\rm a}$, $p_{\rm K}$ und $p_{\rm Q}$ als Funktion der Photonenergie gezeigt, wie man sie aus aus Monte-Carlo-Simulationen mittels PENELOPE für zwei 140 µm dicke Röntgenabsorber aus Gold und einen Blei-Kollimator mit drei kreisförmigen Öffnungen mit einem Radius von 50 µm erhält. Leider existieren aufgrund der Bindungsenergien in Gold und Blei Sprünge in $p_{\rm a}$ im Bereich der von der Quelle emittierten Linien des Neptunium-Fluoreszenzspektrums, so dass benachbarte Spektrallinien eventuell stark unterschiedliche Deformationen erfahren.

Da Detektor und Quelle sich im Inneren des am Verdampfer des Kryostaten befestigten Strahlungsschildes befanden, in dem ein Druck von weit unter 10^{-6} mbar herrscht, tritt praktisch keine Abschwächung der Spektrallinien auf, die durch Absorption in einem etwaigen Restgas zwischen Quelle und Detektor verursacht wird.



Abb. 7.17 Absorptionswahrscheinlichkeit $p_{\rm a}$ des 140 µm dicken Röntgenabsorbers aus Gold und Transmissionswahrscheinlichkeiten $p_{\rm K}$ beziehungsweise $p_{\rm Q}$ durch den 800 µm dicken Blei-Kollimator beziehungsweise durch das Material der Quelle. Die grauen gestrichelten Linien markieren die Energie der dominantesten Linien im Spektrum der ²⁴¹Am-Quelle.

Die endliche Energieauflösung des Kalorimeters führt nun zu einer Verbreiterung der Linienform, die durch eine Faltung mit einer Gauß-Verteilung G(E) (siehe Gleichung 7.10) beschrieben werden kann. Somit ist die an die Daten angepasste Kurve gegeben durch

$$K_i(E) = (\Lambda_i * G) (E) = \frac{I_i \Gamma_i}{4\pi\sigma} \int_{-\infty}^{\infty} \frac{\mathrm{e}^{-(E-\varepsilon)^2/(2\sigma^2)}}{(\Gamma_i/2)^2 + (\varepsilon - E_i)^2} p_{\mathrm{Q}}(\varepsilon) p_{\mathrm{K}}(\varepsilon) p_{\mathrm{a}}(\varepsilon) \,\mathrm{d}\varepsilon \quad .$$
(7.21)

Um die Faltung für jede Linie numerisch durchführen zu können, fand die Integration nur über einen um die betrachtete Linie zentrierten Bereich von 32,768 keV mit einer Schrittweite von 125 meV statt. Für die γ -Linien wurde eine natürliche Linienbreite von 2 eV angenommen, wodurch die Faltung eine nahezu unveränderte Gauß-Verteilung erzeugt. In dem kombinierten Spektrum (Abbildungen 7.14 und 7.15) besitzt die 59,5 keV-Linie eine Halbwertsbreite von 69 eV, während die der 26,3 keV-, 33,2 keV- und der 43,4 keV-Linien nur 58 eV beträgt. Daher wurde zur Anpassung der Neptunium-Fluoreszenzlinien eine energieunabhängige instrumentelle Linienbreite von 58 eV für die Faltung in Gleichung 7.21 angenommen.

In Tabelle 7.1 sind die Energien E_i sowie die Intensitäten I_i , die den beobachteten Linien bei der beschriebenen Anpassung zugeordnet wurden, dargestellt. Die Intensitäten der einzelnen Linien wurden hierfür bezüglich der Intensität der 59,5 keV-Linie normiert. Des Weiteren sind in der Tabelle die verwendeten natürlichen Linienbreiten Γ_i und Literaturwerte für Energie und Intensität aufgeführt.

Man erkennt eine sehr gute Übereinstimmung zwischen den hier ermittelten Linienenergien und den jeweiligen Literaturwerten. Die Abweichungen liegen meist innerhalb der Intervallbreite des Histogramms von 6 eV. Größere Differenzen sind

	Energie		nat. Breite	normierte Intensität		
	$E_i \; [\text{keV}]$		$\Gamma_i \ [eV]$	I_i [%]		
	[Des03]	Messung	[Cam01]	[Sch01]	[Lép08]	Messung
L	11,871	11,878	24	$2,\!35$	2,34	1,78
L_{t}	12,243	$12,\!288$	23	—	$0,\!073$	0,168
$L_{\alpha 2}$	13,757	13,755	12	$3,\!83$	$3,\!907$	$2,\!63$
$L_{\alpha 1}$	$13,\!943$	$13,\!944$	12	$33,\!5$	$32,\!42$	$23,\!8$
$ L_{\eta}$	$15,\!861$	$15,\!853$	26,4	$1,\!07$	$1,\!13$	0,822
$L_{\beta 6}$	$16,\!110$	$16,\!104$	20,8	$0,\!609$	$0,\!693$	0,317
$L_{\beta 2}$	$16,\!840$	$16,\!833$	13	$8,19^{f}$	$6,\!850$	$3,\!65^{ m f}$
$L_{\beta 4}$	$17,\!060$	$17,\!053$	$31,\!3$	$4,\!86$	4,852	3,23
$L_{\beta 5}$	$17,505^{a}$	$17,\!515$	10 b	$1,79^{g}$	$1,\!66^{\rm g}$	$0,782^{g}$
$L_{\beta 1}$	17,747	17,743	$14,\!4$	$37,\!5$	$33,\!06$	24,7
$L_{\beta 3}$	$17,\!991$	$17,\!983$	24,7	$4,\!14$	$3,\!661$	2,91
$L_{\beta 10}$	$18,\!574$	$18,\!571$	20,4	—	$0,\!15$	0,166
$L_{\beta 9}$	18,760	18,751	20,4	—	$0,\!13$	0,265
$L_{\gamma 5}$	20,100	20,094	23,1	$0,\!296$	$0,\!24$	$0,\!301$
$L_{\gamma 1}$	20,785	20,780	$15,\!4$	$8,\!92$	8,22	$6,\!59$
$L_{\gamma 2}$	21,100	$21,\!092$	26,7	$1,\!34$	$1,\!31$	1,04
$L_{\gamma 3}$	$21,\!341$	$21,\!334$	25,0	$\int_{2.04h}$	$1,\!45^{\rm h}$	$1,09^{h}$
$L_{\gamma 6}$	$21,491^{a}$	$21,\!484$	$12 {\rm b}$	$\int 0.24$	$1,\!58$	$1,\!35$
$P \rightarrow L_2$	$21,57^{c}$	$21,\!605$	12 ^b	—	—	0,0963
$L_{\gamma 4'}$	—	$22,\!153$	15 b		$\int_{0.484}$	$0,\!424$
$L_{\gamma 4}$	$22,20^{d}$	22,216	15 b	$\int 0,000$	$\int_{0.404}$	$0,\!248$
$L_{\gamma 13}$	$22,40^{b}$	$22,\!393$	15 b	—	$0,\!19$	$0,\!105$
γ	$26,345^{e}$	26,347		6,71	6,71	$6,\!07$
γ	$33,\!196^{\rm e}$	33,202		$0,\!338$	$0,\!338$	0,344
γ	$43,\!420^{\rm e}$	43,442		_	_	0,223
γ	$59,\!541^{\rm e}$	$59,\!541$		100	100	100

^a [Eks99]

^b [Lép08]

 $^{\rm c}$ Berechnet aus ${\rm L}_{\gamma 13}\text{-} \ddot{\rm U} bergang und dem Abstand zwischen <math display="inline">{\rm L}_1$ und ${\rm L}_2.$

^d [Bea67]

^e [Bé10]

^f Mit Anteilen von $L_{\beta 15}$.

^g Mit Anteilen von $L_{\beta7}$.

^h Mit Anteilen von $L_{\gamma 8}$.

Tab. 7.1Parameter der Neptunium-Fluoreszenzlinien und der $^{237}Np-\gamma$ -Linien im Spektrum
der ^{241}Am -Quelle, mit denen grünen Kurven in Abbildungen 7.14 und 7.15 erstellt wurden.



Abb. 7.18 Verhältnisse der gemessenen Linienintensitäten und Literaturwerten aus [Sch01] und [Lép08]. Die farbigen Symbole entsprechen den zehn intensivsten Linien des Spektrums. Die Spektrallinien mit geringeren Intensitäten sind als graue Symbole dargestellt.

lediglich für schwach ausgeprägte Spektrallinien wie zum Beispiel die L_t -Linie zu beobachten und sind wahrscheinlich auf die schlechte Statistik oder auf eine falsche Identifikation zurückzuführen.

Nun sollen die Intensitäten der beobachteten Spektrallinien diskutiert werden, die in der letzten Spalte von Tabelle 7.1 zu finden sind. Zum Vergleich sind die in [Sch01] und [Lép08] aufgeführten Intensitäten der Linien ebenfalls in der Tabelle angegeben. Man sieht deutliche Unterschiede zu der in dieser Arbeit durchgeführten Messung. Zur Verdeutlichung ist das Verhältnis der gemessenen Intensitäten zu den Literaturwerten in Abbildung 7.18 dargestellt. Hierbei sind die zehn Linien mit den höchsten Intensitäten als blaue und rote Symbole und die weniger intensiven Linien in grau dargestellt.

Wie zu erkennen ist nimmt das Verhältnis zwischen gemessener Intensität und Literaturwerten der dominantesten Linien zu kleinen Energien hin ab. Falsch angenommene Parameter des Röntgenabsorbers und des Kollimators können diese Abweichung nicht erklären, da die Funktionen p_a und p_K , die zur Korrektur der natürlichen Linienform verwendet wurden, in diesem Energiebereich nur eine geringe Energieabhängigkeit aufweisen. Lediglich die Selbstabsorption p_Q der Quelle ist in dem betrachteten Energiebereich stark abhängig von der Photonenergie. Wie in Abbildung 7.18 zu sehen ist, folgen die Datenpunkte grob dem Verlauf dieser Funktion, die hier erneut als grüne Kurve dargestellt ist. Diese Beobachtung legt die Vermutung nahe, dass die Selbstabsorption der verwendeten Quelle falsch abgeschätzt wurde. Da über den genauen Aufbau der ²⁴¹Am-Quelle nur wenige Informationen vorliegen, ist diese Erklärung durchaus realistisch.

Geht man davon aus, dass die Abweichung der beobachteten Intensitäten von den

Literaturwerten im Wesentlichen durch die Quelle selbst verursacht wird, kann daraus geschlossen werden, dass sich der im Rahmen dieser Arbeit entwickelte Detektor nicht nur für eine präzise Bestimmung der Energie sondern auch mit einer Genauigkeit von etwa 10 % für Intensitätsmessungen eignet. Sollte in den für maXs geplanten Experimenten eine höhere Genauigkeit der Linienintensitäten benötigt werden, könnte eine experimentelle Bestimmung der Absorptionswahrscheinlichkeit des Detektors mithilfe einer durchstimmbaren monoenergetischen Röntgenquelle durchgeführt werden. 7. Experimentelle Ergebnisse

8. Zusammenfassung und Ausblick

In dieser Arbeit wurde die Entwicklung und Charakterisierung eines magnetischen Kalorimeters behandelt, welches als Prototyp der Komponente maXs-200 des Röntgendetektors maXs für die hochauflösende Spektroskopie hochgeladener Ionen dient.

Der entwickelte Detektor besteht aus vier unabhängigen, gradiometrisch aufgebauten magnetischen Kalorimetern, die insgesamt eine aktive Detektionsfläche von 8 mm^2 bilden. Jedes Kalorimeter ist mit zwei 140 µm dicken Röntgenabsorbern aus Gold ausgestattet und verwendet eine <u>Au</u>:Er-Legierung als paramagnetische Temperatursensoren. Die Magnetisierungsänderung der <u>Au</u>:Er-Sensoren nach Absorption eines Photons wird mit einer mäanderförmigen Detektionsspule als Änderung des magnetischen Flusses nachgewiesen und mithilfe eines zweistufigen dc-SQUID-Magnetometers ausgelesen.

Mittels numerischer Simulationen wurde die Geometrie des Kalorimeters zunächst optimiert, um eine möglichst gute Energieauflösung zu erreichen, bevor der Detektor über Mikrostrukturierungsprozesse in einem Reinraum der Klasse ISO 5 hergestellt wurde. Die Charakterisierung des Kalorimeters erfolgte in einem ³He/⁴He-Verdünnungskryostaten, wobei als Röntgenquellen eine ⁵⁵Fe- sowie eine ²⁴¹Am-Kalibrationsquelle verwendet wurden.

Die Signale, die nach Absorption eines Röntgenphotons zu beobachten sind, weisen bei Temperaturen über 40 mK eine gute Übereinstimmung mit den erwarteten Signalgrößen auf, während geringfügige Abweichungen bei tieferen Temperaturen durch parasitäre Wärmekapazitäten erklärt werden können. Der Signalanstieg ist durch die diffusive Ausbreitung der deponierten Energie bestimmt und weist je nach Position, an dem das jeweilige Photon im Röntgenabsorber gestoppt wurde, einen leicht unterschiedlichen zeitlichen Verlauf auf. Der Detektor ist thermisch über das Saphir-Substrat sowie über eine metallische Verbindung aus Gold an das Wärmebad gekoppelt. Es konnte beobachtet werden, dass die Signale des gradiometrisch aufgebauten Kalorimeters nach Erreichen des Maximums schneller abfallen als aus den thermodynamischen Eigenschaften der verwendeten Materialien und Strukturen zu schließen wäre. Erklärt wird dies durch einen thermischen Kontakt zwischen den beiden <u>Au</u>:Er-Temperatursensoren des Detektors. Ein zweites Kalorimeter, das nur mit einem Temperatursensor ausgestattet war, zeigte hingegen das durch die thermische Kopplung an das Wärmebad zu erwartende Thermalisierungsverhalten.

Der wahrscheinlich wichtigste Aspekt bei der Charakterisierung des magnetischen Kalorimeters behandelt dessen Energieauflösung. Diese wurde unter anderem durch Betrachtung der K_{α}-Linie von ⁵⁵Mn bei 5,9 keV bestimmt. In guter Übereinstimmung mit dem erwarteten Wert konnte diese bei einer Temperatur von 17 mK zu $\Delta E_{\rm FWHM} = 41 \,\text{eV}$ bestimmt werden. Unter Verwendung der ²⁴¹Am-Quelle konnte bei Photonenergien von 59,5 keV und 26,3 keV eine Energieauflösung von $\Delta E_{\rm FWHM} = 62 \,\text{eV}$ beobachtet werden. Eine mögliche Erklärung für die verschlechterte Auflösung ist durch die Positionsabhängigkeit der Signalform gegeben, da die Eindringtiefe der höherenergetischen Photonen über einen größeren Bereich des Röntgenabsorbers variiert.

Neben der eigentlichen Charakterisierung der Detektoreigenschaften wurde das Spektrum der ²⁴¹Am-Quelle analysiert. Da das magnetische Kalorimeter eine bessere Auflösung besitzt als bislang häufig verwendete Halbleiterdetektoren, konnten erstmalig die nahe beieinander liegenden Übergänge $L_{\gamma 4'}$ und $L_{\gamma 4}$ von Neptunium unterschieden werden. Nachdem mithilfe der fünf dominantesten Linien der Quelle die Nichtlinearität des Kalorimeters ermittelt und dieses rekalibriert wurde, zeigen auch die übrigen Spektrallinien eine sehr gute Übereinstimmung mit den in der Literatur aufgeführten Energien der jeweiligen Übergänge. Unter Berücksichtigung der energieabhängigen Absorptionswahrscheinlichkeit des Kalorimeters sowie der Eigenschaften der Quelle und des Kollimators wurde den beobachteten Spektrallinien relative Intensitäten zugeordnet. Diese weisen zum Teil große Abweichungen zu theoretischen und experimentellen Literaturwerten auf, die auf unzureichend genaue Annahmen für den Aufbau der verwendeten ²⁴¹Am-Quelle zurückzuführen sind.

In einer Weiterentwicklung des im Rahmen dieser Arbeit entwickelten maXs-200-Detektorprototyps soll die thermische Ankopplung zwischen Röntgenabsorber und Temperatursensor verringert werden, indem deren Kontaktfläche auf etwa 1% reduziert wird. Dies wird dadurch realisiert werden, dass der Röntgenabsorber auf Säulen aus Gold platziert wird und sich sonst freischwebend über dem <u>Au</u>:Er-Sensor befinden wird. Dadurch erhofft man sich vor allem eine Reduzierung der Positionsabhängigkeit der Signalform.

Der Röntgendetektor maXs wird neben der in dieser Arbeit beschriebenen Komponente maXs-200, die insbesondere für die Detektion harter Röntgenstrahlung bis 200 keV konzipiert wurde, den Bestandteil maXs-20 beinhalten. Dieser beruht auf den in [Sch12] vorgestellten magnetischen Kalorimetern und soll den Energiebereich bis 20 keV mit einer Energieauflösung von 3 eV abdecken. Insgesamt wird maXs aus vier maXs-20- und zwölf maXs-200-Detektoren aufgebaut sein und an den Beschleunigeranlagen der GSI in einem ³He/⁴He-Verdünnungskryostaten mit Pulsröhren-Vorkühlung betrieben werden.

Neben der Erweiterung der Röntgendetektoren um den Detektor maXs stehen in Zukunft auch zusätzliche Experimentierplätze an der GSI zur Verfügung. So soll neben dem Experimentierspeicherring ESR auch am CRYRING [Abr93, Dan09, Les12]
und im Rahmen der FAIR¹-Erweiterung am Hochenergiespeicherring HESR Spektroskopie an hochgeladenen Ionen betrieben werden. Diese neuen Anlagen werden es ermöglichen, die Ionen stärker abzubremsen und somit den Einfluss des relativistischen Doppler-Effekts auf die Messungen zu reduzieren. Mithilfe der Ionenfalle HITRAP² [Bei05, Klu09], die ebenfalls verfügbar sein wird, können die hochgeladenen Ionen sogar praktisch bis zum Stillstand abgebremst und anschließend untersucht werden.

In der vorliegenden Arbeit konnte gezeigt werden, dass magnetische Kalorimeter als Detektoren in der hochauflösenden Röntgenspektroskopie eine vielversprechende Alternative oder Ergänzung zu klassischen Messmethoden darstellen. Die Entwicklung des vorgestellten Kalorimeters stellt einen wichtigen Schritt für die Konstruktion des Röntgendetektors maXs dar, der in den kommenden Jahren einen wesentlichen Beitrag zur Untersuchung der Grenzregionen der Quantenelektrodynamik liefern wird.

 $^{^1\}mathrm{Englisches}$ Akronym für Facility for Antiproton and Ion Research.

²Englisches Akronym für Highly charged Ions **TRAP**.

Literaturverzeichnis

- [Abr70] A. ABRAGAM und B. BLEANEY. *Electron Paramagnetic Resonance of Transition Metals* (Clarendon Press, Oxford). 1970.
- [Abr93] K. ABRAHAMSSON, G. ANDLER, L. BAGGE, E. BEEBE, P. CARÉ, H. DANARED, S. EGNELL, K. EHRNSTÉN, M. ENSTRÖM, C. J. HERR-LANDER, J. HILKE, J. JEANSSON, A. KÄLLBERG, S. LEONTEIN, L. LIL-JEBY, A. NILSSON, A. PAAL, K.-G. RENSFELT, U. ROSENGÅRD, A. SI-MONSSON, A. SOLTAN, J. STARKER, M. AF UGGLAS und A. FILEVICH. CRYRING - a synchrotron, cooler and storage ring. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B, 79, 269–272. 1993.
- [Alk67] G. D. ALKHAZOV, A. P. KOMAR und A. A. VOROB'EV. Ionization fluctuations and resolution of ionization chambers and semiconductor detectors. Nuclear Instruments and Methods, 48 (1), 1–12. 1967.
- [Bé10] M.-M. BÉ, V. CHISTÉ, C. DULIEU, X. MOUGEOT, E. BROWNE, V. CHE-CHEV, N. KUZMENKO, F. KONDEV, A. LUCA, M. GALÁN, A. L. NI-CHOLS, A. ARINC und X. HUANG. *Table of Radionuclides*, Band 5 (Reproduction Service, Meudon, Frankreich). ISBN 978-92-822-2234-8. 2010.
- [Ban93] S. R. BANDLER, C. ENSS, R. E. LANOU, H. J. MARIS, T. MORE, F. S. PORTER und G. M. SEIDEL. *Metallic Magnetic Bolometers for Particle Detection*. Journal of Low Temperature Physics, **93** (3/4), 709–714. 1993.
- [Bea67] J. A. BEARDEN. X-Ray Wavelengths. Reviews of Modern Physics, **39** (1), 78–124. 1967.
- [Bei00] T. BEIER. The g_j factor of a bound electron and the hyperfine structure splitting in hydrogenlike ions. Physics Reports, **339** (2–3), 79–213. 2000.
- [Bei05] T. BEIER, L. DAHL, H.-J. KLUGE, C. KOZHUHAROV, W. QUINT und THE HITRAP COLLABORATION. Trapping ions of hydrogen-like uranium: The HITRAP project at GSI. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B, 235, 473–478. 2005.
- [Ber10] M. J. BERGER, J. H. HUBBELL, S. M. SELTZER, J. CHANG, J. S. COURSEY, R. SUKUMAR, D. S. ZUCKER und K. OLSEN. *XCOM*:

Photon Cross Section Database (version 1.5). Online, 22. Mai 2012, http://physics.nist.gov/xcom. 2010.

- [Bey95] H. F. BEYER, G. MENZEL, D. LIESEN, A. GALLUS, F. BOSCH, R. DES-LATTES, P. INDELICATO, T. STÖHLKER, O. KLEPPER, R. MOSHAMMER, F. NOLDEN, H. EICKHOFF, B. FRANZKE und M. STECK. Measurement of the ground-state Lambshift of hydrogenlike uranium at the electron cooler of the ESR. Zeitschrift für Physik D, 35, 169–175. 1995.
- [Bey04] H. F. BEYER, T. STÖHLKER, D. BANAŚ, D. LIESEN, D. PROTIĆ, K. BE-CKERT, P. BELLER, J. BOJOWALD, F. BOSCH, E. FÖRSTER, B. FRANZ-KE, A. GUMBERIDZE, S. HAGMANN, J. HOSZOWSKA, P. INDELICA-TO, O. KLEPPER, H.-J. KLUGE, S. KÖNIG, C. KOZHUHAROV, X. MA, B. MANIL, I. MOHOS, A. ORŠIĆ-MUTHIG, F. NOLDEN, U. POPP, A. SI-MIONOVICI, D. SIERPOWSKI, U. SPILLMANN, Z. STACHURA, M. STECK, S. TACHENOV, M. TRASSINELLI, A. WARCZAK, O. WEHRHAN und E. ZIEGLER. FOCAL: X-ray optics for accurate spectroscopy. In A. SIMIO-NOVICI (Herausgeber), 17th International Congress on X-Ray Optics and Microanalysis, Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy, Band 59. 1535–1542. 2004.
- [Büh88] M. BÜHLER und E. UMLAUF. A Magnetic Bolometer for Single-Particle Detection. Europhysics Letters, 5 (4), 297–301. 1988.
- [Bra02] G. BRAMMERTZ, A. A. GOLUBOV, P. VERHOEVE, R. DEN HARTOG, A. PEACOCK und H. ROGALLA. *Critical temperatures of superconducting bilayers: Theory and experiment.* Applied Physics Letters, **80** (16), 2955– 2957. 2002.
- [Bru82] J. J. P. BRUINES, V. J. WAAL und J. E. MOOIJ. Comment on: "DC SQUID: Noise and optimization" by Tesche and Clarke. Journal of Low Temperature Physics, 46 (3/4), 383–386. 1982.
- [Bur04] A. BURCK. Entwicklung großflächiger magnetischer Kalorimeter zur energieaufgelösten Detektion von Röntgenquanten und hochenergetischen Teilchen. Diplomarbeit, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg. 2004.
- [Cam01] J. L. CAMPBELL und T. PAPP. Widths of the Atomic K-N7 Levels. Atomic Data and Nuclear Data Tables, 77, 1–56. 2001.
- [Cha06] S. CHATTERJEE, H. F. BEYER, D. LIESEN, STÖH, A. GUMBERIDZE, C. KOZHUHAROV, D. BANAŚ, D. PROTIĆ, K. BECKERT, P. BELLER,

T. KRINGS, F. BOSCH, B. FRANZKE, S. HAGMANN, J. HOSZOWSKA, P. INDELICATO, H.-J. KLUGE, X. MA, B. MANIL, I. MOHOS, F. NOL-DEN, A. POPP, U UND SIMIONOVICI, D. SIERPOWSKI, M. STECK, U. SPILLMANN, C. BRANDAU, E. FÖRSTER, Z. STACHURA, S. TAS-HENOV, M. TRASSINELLI, A. WARCZAK, O. WEHRHAN, E. ZIEGLER, S. TROTSENKO und R. REUSCHL. *The FOCAL spectrometer for accurate X-ray spectroscopy of fast heavy ions*. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B, **245** (1), 67–71. 2006.

- [Cla04] J. CLARKE und A. I. BRAGINSKI. The SQUID Handbook: Vol. 1 Fundamentals and Technology (Wiley-VCH Verlag, Weinheim). ISBN 978-3-527-40229-8. 2004.
- [Cos93] E. COSULICH, F. GATTI und S. VITALE. Further Results on μ-Calorimeters with Superconducting Absorber. Journal of Low Temperature Physics, 93 (3/4), 263–268. 1993.
- [Dan05] T. DANIYAROV. Metallische magnetische Kalorimeter zum hochauflösenden Nachweis von Röntgenquanten und hochenergetischen Molekülen. Dissertation, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg. 2005.
- [Dan09] H. DANARED, A. KÄLLBERG und A. SIMONSSON. CRYRING at the LSR at FLAIR. Hyperfine Interactions, 194, 129–135. 2009.
- [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. Physical Review B, 8 (8), 3563–3568. 1973.
- [Des03] R. D. DESLATTES, E. G. KESSLER, JR, P. INDELICATO, L. DE BILLY,
 E. LINDROTH und J. ANTON. X-ray transition energies: new approach to a comprehensive evaluation. Review of Modern Physics, 75, 35–99. 2003.
- [Dru06] D. DRUNG, C. HINNRICHS und H.-J. BARTHELMESS. Low-noise ultrahigh-speed dc SQUID readout electronics. Superconductor Science and Technology, 19 (5), S235–S241. 2006.
- [Dru07] D. DRUNG, C. ASSMANN, J. BEYER, A. KIRSTE, M. PETERS, F. RUEDE und T. SCHURIG. *Highly Sensitive and Easy-to-Use SQUID Sensors*. IEEE Transactions on Applied Superconductivity, **17** (2), 699–704. doi:10.1109/ TASC.2007.897403. 2007.
- [Eks99] L. P. EKSTRÖM und R. B. FIRESTONE. WWW Table of Radioactive Isotopes, database version 2/28/99. Online, 22. Juli 2012, http://ie.lbl.gov/toi. 1999.

- [Ens00a] C. ENSS, A. FLEISCHMANN, K. HORST, J. SCHÖNEFELD, J. SOLLNER, J. S. ADAMS, Y. H. HUANG, Y. H. KIM und G. M. SEIDEL. *Metallic Ma*gnetic Calorimeters for Particle Detection. Journal of Low Temperature Physics, **121** (3/4), 137–176. 2000.
- [Ens00b] C. ENSS und S. HUNKLINGER. *Tieftemperaturphysik* (Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, New York). ISBN 978-3-540-67674-4. 2000.
- [Fan47] U. FANO. Ionization Yield of Radiations. II. The Fluctuations of the Number of Ions. Physical Review, 72 (1), 26–29. 1947.
- [Fau93] T. FAUSCH, M. BÜHLER und E. UMLAUF. Signal Rise Time of the Magnetic Bolometer. Journal of Low Temperature Physics, 93 (3/4), 703–708. 1993.
- [Fle98] A. FLEISCHMANN. Hochauflösendes magnetisches Kalorimeter zur Detektion von einzelnen Röntgenquanten. Diplomarbeit, Institut für angewandte Physik, Universität Heidelberg. 1998.
- [Fle00] A. FLEISCHMANN, J. SCHÖNEFELD, J. SOLLNER, C. ENSS, J. S. ADAMS, S. R. BANDLER, Y. H. KIM und G. M. SEIDEL. Low Temperature Properties of Erbium In Gold. Journal of Low Temperature Physics, 118 (1/2), 7–21. 2000.
- [Fle03] A. FLEISCHMANN. Magnetische Mikrokalorimeter: Hochauflösende Röntgenspektroskopie mit energiedispersiven Detektoren. Dissertation, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg. 2003.
- [Fle09] A. FLEISCHMANN, L. GASTALDO, S. KEMPF, A. KIRSCH, A. PABIN-GER, C. PIES, J.-P. PORST, P. RANITZSCH, S. S, F. VON SEGGERN, T. WOLF, C. ENSS und G. M. SEIDEL. Metallic Magnetic Calorimeters. In B. CABRERA, A. MILLER und B. YOUNG (Herausgeber), The Thirteenth International Workshop on Low Temperature Detectors – LTD13, AIP Conference Proceedings, Band 1185. 571–578. 2009.
- [Foe12] N. FOERSTER. Entwicklung eines kalorimetrischen Tieftemperatur-Detektors mit supraleitendem Temperatursensor für die hochaufgelöste Röntgenspektroskopie. Diplomarbeit, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg. 2012.
- [Gat92] F. GATTI, S. VITALE und A. BARABINO. Superconducting rhenium as absorber for thermal detectors. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A, 315, 260–262. 1992.

- [Gum05] A. GUMBERIDZE, T. STÖHLKER, D. BANAŚ, K. BECKERT, P. BELLER, H. F. BEYER, F. BOSCH, S. HAGMANN, C. KOZHUHAROV, D. LIESEN, F. NOLDEN, X. MA, P. H. MOKLER, M. STECK, D. SIERPOWSKI und S. TASHENOV. Quantum Electrodynamics in Strong Electric Fields: The Ground-State Lamb Shift in Hydrogenlike Uranium. Physical Review Letters, 94, 223001. 2005.
- [Hah92] W. HAHN, M. LOEWENHAUPT und B. FRICK. Crystal field excitations in dilute rare earth noble metal alloys. Physica B, 180&182, 176–178. 1992.
- [Hau06] D. HAUG. Entwicklung eines magnetischen Kalorimeters zur Neutrinomassenbestimmung aus dem Endpunkt des β-Spektrums von ¹⁸⁷Re. Diplomarbeit, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg. 2006.
- [Hen12] D. HENGSTLER. Untersuchung der Eigenschaften von supraleitenden Re-, Zn- und Zn:Mn-Absorbern für magnetische Mikrokalorimeter. Diplomarbeit, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg. 2012.
- [Her00] T. HERRMANNSDÖRFER, R. KÖNIG und C. ENSS. *Properties of Er-doped* Au at ultralow temperatures. Physica B, **284–288**, 1698–1699. 2000.
- [Heu11] S. HEUSER. Entwicklung mikrostrukturierter magnetischer Kalorimeter mit verbesserter magnetischer Flusskopplung für die hochauflösende Röntgenspektroskopie. Diplomarbeit, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg. 2011.
- [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. Physical Review A, **56** (6), 4554–4567. 1997.
- [Hof12] V. HOFFMANN. Messung der AC-Suszeptibilität von paramagnetischem <u>Au</u>:Er bei Temperaturen oberhalb des Spinglas-Übergangs. Bachelorarbeit, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg. 2012.
- [Huo08] J. HUO. Nuclear Data Sheets for A = 55. Nuclear Data Sheets, **109** (4), 787–942. 2008.
- [Irw05] K. D. IRWIN und G. C. HILTON. Transition-Edge Sensors. In C. ENSS (Herausgeber), Cryogenic Particle Detection, Topics in Applied Physics, Band 99 (Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, New York), 35–61. ISBN 978-3-540-20113-7. 2005.
- [Jen91] R. JENKINS, R. MANN, R. ROBIN und C. SENEMAUD. Nomenclature system for x-ray spectroscopy. X-Ray Spectrometry, **20**, 149–155. 1991.

- [Joh85] W. R. JOHNSON und G. SOFF. The Lamb shift in hydrogen-like atoms, $1 \le Z \le 110$. Atomic Data and Nuclear Data Tables, **33** (3), 405–446. 1985.
- [Kam10] A. KAMPKÖTTER. Design-Studie und Entwicklung eines großflächigen metallisch magnetischen Kalorimeters zur orts- und energieauflösenden Detektion von hochenergetischen Molekülfragmenten. Diplomarbeit, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg. 2010.
- [Klu09] H.-J. KLUGE, T. BEIER, K. BLAUM, L. DAHL, S. ELISEEV, F. HER-FURTH, B. HOFMANN, O. KESTER, S. KOSZUDOWSKI, C. KOZHUHAROV, G. MAERO, W. NÖRTERSHÄUSER, J. PFISTER, W. QUINT, U. RAT-ZINGER, A. SCHEMPP, R. SCHUCH, T. STÖHLKER, R. C. THOMPSON, M. VOGEL, G. VOROBJEV, D. F. A. WINTERS und G. WERTH. *HI-TRAP: A facility at GSI for highly charged ions.* In S. SALOMONSON und E. LINDROTH (Herausgeber), *Current Trends in Atomic Physics, Advances in Quantum Chemistry*, Band 53 (Academic Press), Kapitel 7, 83–98. ISBN 978-0-12-373925-4. 2009.
- [Kno10] G. F. KNOLL. Radiation Detection and Measurement (Wiley), 4 Auflage. ISBN 978-0-470-13148-0. 2010.
- [Lam47] W. E. LAMB und R. C. RETHERFORD. Fine Structure of the Hydrogen Atom by a Microwave Method. Physical Review, 72 (3), 241–243. 1947.
- [Les12] M. LESTINSKY, N. ANGERT, R. BÄR, R. BECKER, M. BEVCIC, U. BLELL, W. BOCK, A. BRÄUNING-DEMIAN, H. DANARED, O. DO-LINKSKYY, W. ENDERS, M. ENGSTRÖM, A. FISCHER, B. FRANZKE, G. GRUBER, P. HÜLSMANN, A. KÄLLBERG, O. KESTER, C.-M. KLEFF-NER, Y. A. LITVINOV, C. MÜHLE, B. MÜLLER, I. PSCHORN, T. RA-DON, H. RAMAKERS, H. REICH-SPRENGER, D. REISTAD, G. RIE-FERT, M. SCHWICKERT, A. SIMONSSON, J. SJÖHOLM, . SKEPPSTEDT, M. STECK, T. STÖHLKER, W. VINZENZ und H. WELKER. CRY-RING@ESR: A study group report. http://www.gsi.de/fileadmin/SPARC/ documents/Cryring/ReportCryring 40ESR.PDF. 2012.
- [Low61] F. J. LOW. Low-Temperature Germanium Bolometer. Journal of the Optical Society of America, 51 (11), 1300–1304. 1961.
- [Lép08] M. C. LÉPY, J. PLAGNARD und L. FERREUX. Measurement of ²⁴¹Am L X-ray emission probabilities. Applied Radiation and Isotopes, 66, 715–721. 2008.

- [Mar00] J. M. MARTINIS, G. C. HILTON, K. D. IRWIN und D. A. WOLLMAN. Calculation of T_c in a normal-superconductor bilayer using the microscopicbased Usadel theory. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A, 444, 23–27. 2000.
- [McC05] D. MCCAMMON. Semiconductor Thermistors. In C. ENSS (Herausgeber), Cryogenic Particle Detection, Topics in Applied Physics, Band 99 (Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, New York), 35–61. ISBN 978-3-540-20113-7. 2005.
- [Nag12] P. C. NAGLER, J. S. ADAMS, M. A. BALVIN, S. R. BANDLER, K. L. DE-NIS, W.-T. HSIEH, D. P. KELLY, J.-P. PORST, J. E. SADLEIR, G. M. SEIDEL, S. J. SMITH und T. R. STEVENSON. Performance of Magnetic Penetration Thermometers for X-ray Astronomy. In C. ENSS (Herausgeber), Low Temperature Detectors (LTD-14): Part I, Journal of Low Temperature Physics, Band 167. 455–460. 2012.
- [Pab08] A. PABINGER. Entwicklung eines vollständig mikrostrukturierten magnetischen Kalorimeters für die hochauflösende Röntgenspektroskopie. Diplomarbeit, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg. 2008.
- [Par11] C. G. PARTHEY, A. MATVEEV, J. ALNIS, A. BEYER, R. POHL, K. PRE-DEHL, T. UDEM, N. KOLACHEVSKY, M. ABGRALL, D. ROVERA, P. LAU-RENT, C. SALOMON und T. W. HÄNSCH. Precision spectroscopy on atomic hydrogen. In T. IDO und T.R. SCHIBLI (Herausgeber), Time and Frequency Metrology III, Proceedings of SPIE, Band 8132. 813202. 2011.
- [Phi71] N. E. PHILLIPS. Low-temperature heat capacity of metals. Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences, 2 (4), 467–553. 1971.
- [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.
- [Pie12] C. PIES, S. SCHÄFER, S. HEUSER, S. KEMPF, A. PABINGER, J.-P. PORST, P. RANITSCH, N. FOERSTER, D. HENGSTLER, A. KAMPKÖT-TER, T. WOLF, L. GASTALDO, A. FLEISCHMANN und C. ENSS. ma-Xs: Microcalorimeter Arrays for High-Resolution X-Ray Spectroscopy at GSI/FAIR. In C. ENSS (Herausgeber), Low Temperature Detectors (LTD-14): Part I, Journal of Low Temperature Physics, Band 167. 269–279. 2012.
- [Pob07] F. POBELL. Matter and Methods at Low Temperatures (Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, New York). ISBN 978-3-540-46356-6. 2007.

- [Por07] J.-P. PORST. Towards MARE: Development of a Metallic Magnetic Calorimeter with Superconducting Rhenium Absorber. Diplomarbeit, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg. 2007.
- [Por11] J.-P. PORST. High-Resolution Metallic Magnetic Calorimeters for β-Spectroscopy on ¹⁸⁷Rhenium and Position Resolved X-Ray Spectroscopy. Dissertation, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg. 2011.
- [Pro01] D. PROTIC, T. STÖHLKER, H. F. BEYER, J. BOJOWALD, G. BORCHERT, A. GUMBERIDZE, A. HAMACHER, C. KOZHUHAROV, X. MA und I. MO-HOS. A Microstrip Germanium Detector for Position-Sensitive X-Ray Spectroscopy. IEEE Transactions on Nuclear Science, 48 (4), 1048–1052. 2001.
- [Pro05] D. PROTIĆ, T. STÖHLKER, T. KRINGS, I. MOHOS und U. SPILLMANN. Two-Dimensional Microstrip Germanium Detector for the Spectroscopy of Hard X-Ray Transitions. IEEE Transactions on Nuclear Science, 52 (6), 3194–3198. 2005.
- [Ran09] P. RANITZSCH. Low Temperature Calorimeter with Superconducting Particle Absorbers. Diplomarbeit, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg. 2009.
- [Rei97] H. REICH, W. BOURGEOIS, B. FRANZKE, A. KRITZER und V. VARENT-SOV. The ESR internal target. Nuclear Physics A, 626 (1-2), 417-425. 1997.
- [Roo65] W. VAN ROOSBROECK. Theory of the Yield and Fano Factor of Electron-Hole Pairs Generated in Semiconductors by High-Energy Particles. Physical Review, 139 (5A), A1702–A1716. 1965.
- [Sal08] F. SALVAT, J. M. FERNÁNDEZ-VAREA und J. SEMPEAU. PENELOPE-2008: A Code System for Monte Carlo Simulation of Electron and Photon Transport (OECD Publications). ISBN 978-92-64-99066-1. 2008.
- [Sch00] J. SCHÖNEFELD. Entwicklung eines mikrostrukturierten magnetischen Tieftemperatur-Kalorimeters zum hochauflösenden Nachweis von einzelnen Röntgenquanten. Dissertation, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg. 20000.
- [Sch01] E. SCHÖNFELD und U. SCHÖTZIG. Comparison of measured and calculated emission probabilities for K and L X-rays following radioactive disintegration processes. Applied Radiation and Isotopes, 54 (5), 785–791. 2001.

- [Sch12] S. SCHÄFER. Entwicklung einer Detektorzeile aus metallischen magnetischen Kalorimetern zur hochauflösenden Röntgenspektroskopie an hochgeladenen Ionen. Dissertation, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg. 2012.
- [Shk84] B. I. SHKLOVSKII und A. L. EFROS. Electronic Properties of Doped Semiconductors (Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, New York, Tokyo). ISBN 978-3-540-12995-2. 1984.
- [Sim35] F. SIMON. Application of Low Temperature Calorimetry to Radioactive Measurements. Nature, 135 (3418), 763. 1935.
- [Sjö75] M. E. SJÖSTRAND und G. SEIDEL. Hyperfine resonance properties of Er^{3+} in Au. Physical Review B, **11** (9), 3292–3297. 1975.
- [Smi12] S. J. SMITH, J. S. ADAMS, C. N. BAILEY, S. R. BANDLER, J. A. CHER-VENAK, M. E. ECKART, F. M. FINKBEINER, R. L. KELLEY, C. A. KIL-BOURNE, F. S. PORTER und J. E. SADLEIR. Small Pitch Transition-Edge Sensors with Broadband High Spectral Resolution for Solar Physics. In C. ENSS (Herausgeber), Low Temperature Detectors (LTD-14): Part I, Journal of Low Temperature Physics, Band 167. 168–175. 2012.
- [Sof98] G. SOFF, T. BEIER, M. GREINER, H. PERSSON und G. PLUNIEN. Quantum Electrodynamics of Strong Fields: Status and Perspectives. Advances in Quantum Chemistry, 30, 125–161. 1998.
- [Spi08] U. SPILLMANN, H. BRÄUNING, S. HESS, H. BEYER, T. STÖHLKER, J.-C. DOUSSE, D. PROTIC und T. KRINGS. *Performance of a Ge-microstrip imaging detector and polarimeter*. Review of Scientific Instruments, **79**, 083101. 2008.
- [Ste04] M. STECK, P. BELLER, K. BECKERT, B. FRANZKE und F. NOLDEN. Electron cooling experiments at the ESR. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A, 532, 357–365. 2004.
- [Swa89] E. T. SWARTZ und R. O. POHL. *Thermal boundary resistance*. Reviews of Modern Physics, **61** (3), 605–668. 1989.
- [Tes77] C. D. TESCHE und J. CLARKE. *dc SQUID: Noise and Optimization*. Journal of Low Temperature Physics, **29** (3/4), 301–331. 1977.
- [Ude97] T. UDEM, A. HUBER, B. GROSS, J. REICHERT, M. PREVEDELLI, M. WEITZ und T. W. HÄNSCH. Phase-Coherent Measurement of the Hydrogen 1S-2S Transition Frequency with an Optical Frequency Interval Divider Chain. Physical Review Letters, 79 (14), 2646–2649. 1997.

- [Wei96] H. WEINSTOCK (Herausgeber). SQUID Sensors: Fundamentals, Fabrication and Applications, NATO ASI Series – Series E: Applied Sciences, Band 329 (Kluwer Academic Publisher, Dordrecht, Niederlande). 1996.
- [Wel08] R. WELDLE. Untersuchung des Effekts magnetischer Verunreinigungen auf das Thermalisierungsverhalten von supraleitenden Teilchenabsorbern. Diplomarbeit, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg. 2008.
- [Whi02] G. K. WHITE und P. J. MEESON. Experimental Techniques in Low-Temperature Physics, Monographs on the Physics and Chemistry of Materials, Band 59 (Clarendon Press, Oxford). ISBN 978-0-198-51427-5. 2002.
- [Wil69] G. WILLIAMS und L. L. HIRST. Crystal-Field Effects of Solid Solutions of Rare Earths in Noble Metals. Physical Review, 185 (2), 407–415. 1969.
- [Yer01] V. A. YEROKHIN und V. M. SHABAEV. Two-loop self-energy correction in H-like ions. Physical Review A, 64, 062507. 2001.
- [Yer03] V. A. YEROKHIN, P. INDELICATO und V. M. SHABAEV. Two-Loop Self-Energy Correction in High-Z Hydrogenlike Ions. Physical Review Letters, 91 (7), 073001. 2003.
- [Zsc07] G. ZSCHORNACK. Handbook of X-Ray Data (Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, New York). ISBN 978-3-540-28618-9. 2007.

Ich erkläre hiermit, dass ich die vorgelegte Dissertation selbständig verfasst und dabei keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel verwendet habe.

Heidelberg, 09. September 2012

(Christian Pies)