

Fakultät für Physik und Astronomie
Ruprecht-Karls-Universität Heidelberg

MASTERARBEIT
im Studiengang Physik

vorgelegt von
Philip Schneider
aus Ludwigshafen am Rhein

2016

**Spektroskopische Messungen an Thorium-229 mit einem
Detektor-Array aus metallischen magnetischen Kalorimetern**

Die Masterarbeit wurde von Philip Schneider
ausgeführt am
Kirchhoff-Institut für Physik
unter der Betreuung von
Herrn Prof. Dr. C. Enss

Im Rahmen dieser Arbeit wurde ein Detektoraufbau mit einem Array aus 8×8 metallischen magnetischen Kalorimetern zur hochaufgelösten Röntgen- und Gammaspektroskopie und insbesondere für eine mögliche genauere Bestimmung der Isomerenergie von Thorium-229 aufgebaut und etwa 40 der 64 möglichen Pixel erfolgreich in Betrieb genommen. Bei einer Untersuchung des γ -Spektrums von ^{229}Th , welches über den α -Zerfall von ^{233}U entsteht, konnte mit diesem Detektoraufbau das 29,18 keV-Dublett als einzelne Linie mit einer instrumentellen Energieauflösung von $\Delta E_{\text{FWHM}} = 33 \text{ eV}$ beobachtet werden. Das Auflösen dieses Dubletts mit einer erwarteten Aufspaltung $< 10 \text{ eV}$ würde eine genauere Bestimmung der Isomerenergie von Thorium-229 ermöglichen. Dazu muss allerdings die Energieauflösung, die für diese Messungen durch einen zu kleinen felderzeugenden Dauerstrom im Detektor und das hohe magnetischen Flussrauschen der zur Auslese verwendeten SQUID-Magnetometer limitiert wurde, mit einer neuen Generation von SQUID-Magnetometern und modifizierten Detektor-Arrays in den Bereich des Designwerts $\Delta E_{\text{FWHM}} < 6 \text{ eV}$ gebracht werden. Außerdem konnte der beobachtete große Untergrund der verwendeten ^{233}U -Quelle anhand der Signalform und über den Einsatz eines Magneten auf aus der Quelle emittierte Elektronen aus β -Zerfällen zurückgeführt werden. Mit dem unter dem Strahlengang platziertem Magneten zum Ablenken der Elektronen auf dem Weg zum Detektor konnte der Untergrund um 80 % reduziert werden. Der Untergrund durch β -Strahler macht für eine zukünftige Bestimmung der Isomerenergie eine neue chemisch gereinigte ^{233}U -Quelle notwendig.

Spectroscopic measurements on Thorium-229 using a detector array of metallic magnetic calorimeters

In the framework of this thesis a detector setup with an array consisting of 8×8 metallic magnetic calorimeters designed for high resolution X-ray and γ -spectroscopy and especially for a potentially improved determination of the isomer energy of Thorium-229 was constructed and about 40 of the 64 possible pixels were put successfully into operation. A measurement of the γ spectrum of ^{229}Th , following the α -decay of ^{233}U , with this detector setup resulted in the observation of the 29.18 keV doublet as a single peak with an instrumental linewidth of $\Delta E_{\text{FWHM}} = 33 \text{ eV}$. The resolution of this doublet with an expected splitting $< 10 \text{ eV}$ would enable an improved determination of the isomer energy of Thorium-229. Therefore, the energy resolution, which was limited by the accessible persistent current in the detector and the high magnetic flux noise of the SQUID-magnetometers used for the readout, has to be improved with a new generation of SQUID-magnetometers and modified detector arrays to get closer to the designed energy resolution $\Delta E_{\text{FWHM}} < 6 \text{ eV}$. Based on the shape of the signals and with the help of a magnet, the observed strong background of the present ^{233}U -source could be attributed to electrons emitted from the source due to β -decays. With the additional magnet under the beam path, in order to deflect the electrons on the way to the detector, the background was reduced by 80 %. For a future determination of the isomer energy, the background due to β -emitter makes it necessary to produce a new chemical purified ^{233}U -source.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Isomerer Kernzustand von ^{229}Th	3
3	Metallische magnetische Kalorimeter	5
3.1	Funktionsweise	5
3.2	Absorber	6
3.3	Sensormaterial	7
3.4	Auslesegeometrie	9
3.5	Signalform und Energieauflösung	11
4	Experimentelle Grundlagen	15
4.1	Strahlungsquellen	15
4.1.1	^{233}U -Quelle	15
4.1.2	Pyroelektrischer Röntgengenerator	16
4.2	SQUID-Magnetometer	17
4.2.1	dc-SQUIDs	18
4.2.2	Linearisierung des SQUID-Signals	19
4.2.3	Zweistufige Auslesetechnik	20
4.3	maXs30-Detektor	20
4.4	Kryostat und 32-Kanal-Detektoraufbau	22
4.4.1	Detektoraufbau	22
4.4.2	Thermische und magnetische Schilde	23
4.4.3	Thermometrie	24
4.4.4	Datenauslese	24
4.5	Aufbau mit Röntgenlinse und Strahlenschutzkasten	25
4.5.1	Röntgenlinse aus Lithiumfluorid	25
4.5.2	Strahlenschutzkasten mit optischer Schiene	27

5 Experimentelle Ergebnisse	29
5.1 Messungen mit der Röntgenlinse	29
5.2 Spektrum des COOL-X Röntgenerators	32
5.3 Spektroskopie von ^{229}Th	33
5.3.1 Temperaturkorrektur	34
5.3.2 Nichtlinearität des Detektors	36
5.3.3 Spektrum	37
5.3.4 29,18 keV-Dublett und isomerer Kernzustand von ^{229}Th	42
5.4 Leistungsvermögen des Detektors	44
5.5 Untergrund der ^{233}U -Quelle	49
6 Zusammenfassung und Ausblick	55
Literaturverzeichnis	59
Danksagung	65

1. Einleitung

Bereits 1976 wurde für das Isotop ^{229}Th ein niederenergetischer Kernzustand nahe dem Grundzustand vorhergesagt. Auf Grundlage des nach dem α -Zerfall $^{233}\text{U} \rightarrow \alpha + ^{229}\text{Th}^*$ mit Ge(Li)- und Si(Li)-Detektoren gemessenen γ -Spektrums von Thorium-229 ($^{229}\text{Th}^* \rightarrow ^{229}\text{Th} + \gamma$) wurde dessen mögliche Energie auf einen Wert unter 100 eV eingegrenzt [Kro76]. Im Zuge der Entwicklung besserer Detektoren und mit daher besser bekannten Parametern des Zerfallsschemas konnten genauere Vorhersagen für die Isomerenergie E_{is} des ersten angeregten Zustands von Thorium-229 gemacht werden ($3,5 \pm 1,0$ eV [Hel94]; $5,5 \pm 1,0$ eV [GaF05]). Bei der bisher überzeugendsten Messung wurde die Energiedifferenz von vier γ -Linien mit einem Mikrokalorimeter für Röntgenstrahlung mit einer Energieauflösung $\Delta E_{\text{FWHM}} \sim 26$ eV bestimmt und so eine Isomerenergie von $E_{\text{is}} = (7,8 \pm 0,5)$ eV gefunden [Bec07, Bec09]. Die direkte Suche nach γ -Quanten aus dem Zerfall des ersten angeregten Zustands hatte bisher allerdings keinen Erfolg [Sha99, Utt99]. Die genaue Isomerenergie E_{is} und die Existenz eines solchen Zustands blieb daher umstritten [Sak10]. Im Jahr 2016 erfolgte allerdings die erste direkte Beobachtung des niederenergetischen Isomerzustands von Thorium-229 über den Nachweis von Elektronen aus dem Zerfall des Isomerzustands über innere Konversion [vdW16].

Das große Interesse an diesem langlebigen Kernzustand liegt in seiner äußerst geringen Anregungsenergie. Im Gegensatz zu typischen Kernübergängen, die Energien im keV- und MeV-Bereich aufweisen [Tul11], liegt die Isomerenergie von Thorium-229 im Zugangsbereich moderner optischer Laserspektroskopie [Pei03]. Dadurch wird möglicherweise neue Physik mit einer Vielzahl an Experimenten im Grenzgebiet zwischen Atom- und Kernphysik zugänglich [Mat98]. So könnte eine auf Thorium-229 basierende Kernuhr mit einer erwarteten Unsicherheit im Bereich von 10^{-19} eine Verbesserung des bisher aus atomaren Übergängen abgeleiteten Zeitstandards ermöglichen [Kaz12, Cam12, Pei15]. Zudem werden Experimente mit einer Sensitivität auf die Zeitstabilität der Feinstrukturkonstante [Lit09, Ber09] oder von Parametern der starken Wechselwirkung [Fla06, He07] diskutiert. Auch eine mögliche Anwendung in Form eines UV-Lasers wurde vorgeschlagen [Tka11].

Für all diese Experimente und Anwendungen ist allerdings zuerst eine genauere Bestimmung der Isomerenergie notwendig, um beispielsweise einen Laser im richtigen Energiebereich zum Anregen des Kernübergangs zu bauen. Ein Weg dies zu erreichen ist das Auflösen des 29,18 keV-Dubletts im γ -Spektrum von ^{229}Th , dessen Aufspaltung der Isomerenergie E_{is} entspricht und somit eine indirekte Bestimmung ohne zusätzliche theoretische Parameter ermöglicht. Ein für diesen Zweck geeigneter Detektortyp sind metallische magnetische Kalorimeter, welche sich durch die Kombina-

tion von hoher Energieauflösung, guter Linearität und großer Bandbreite auszeichnen [Kaz14]. In der vorliegenden Arbeit wird daher das γ -Spektrum von ^{229}Th , welches über den α -Zerfall von ^{233}U entsteht, erstmals mit einem großflächigen Detektor-Array aus metallischen magnetischen Kalorimetern mit einer erwarteten Energieauflösung $E_{\text{FWHM}} < 6 \text{ eV}$ untersucht. Allerdings macht das 29,18 keV-Dublett nur einen Bruchteil der von der ^{233}U -Quelle emittierten Photonen aus. Daher wird parallel die Möglichkeit untersucht das 29,18 keV-Dublett durch den Einsatz einer Röntgenlinse bei blockiertem direkten Strahlengang von der hohen Gesamtrate getrennt auf den Detektor zu fokussieren.

Kapitel 2 geht näher auf den isomeren Kernzustand des Isotops ^{229}Th und dessen angestrebter Bestimmung ein. Im dritten Kapitel werden die Funktionsweise und der Aufbau von metallischen magnetischen Kalorimetern, die zur Klasse der Tieftemperaturdetektoren gehören, vorgestellt. Anhand eines thermodynamischen Modells wird die erreichbare Energieauflösung und erwartete Signalform erläutert.

Im vierten Kapitel werden die relevanten experimentellen Grundlagen behandelt. Dazu zählen die verwendeten Strahlungsquellen, die zur Auslese des Detektors notwendigen SQUID-Magnetometer und der im Kryostaten betriebene mehrkanalige Detektoraufbau. Zudem wird ein neuer Aufbau mit Röntgenlinse und Strahlenschutzkasten präsentiert.

In Kapitel 5 sind die experimentellen Ergebnisse zusammengestellt. Diese umfassen eine Charakterisierung des neu verfügbaren COOL-X Röntngengenerators sowie Testmessungen mit der Röntgenlinse. Das gemessene γ -Spektrum von ^{229}Th wird zusammen mit dem kompletten Spektrum der ^{233}U -Quelle untersucht. Zuletzt werden die erreichte Energieauflösung des Detektors und der Untergrund der ^{233}U -Quelle analysiert. Abschließend erfolgt eine Zusammenfassung der Ergebnisse mit einem Ausblick auf zukünftige Messungen.

2. Isomerer Kernzustand von ^{229}Th

In Abbildung 2.1 a) ist ein Ausschnitt des Termschemas des Isotops ^{229}Th zu sehen. Gezeigt sind jeweils die drei niedrigsten Anregungen der beiden Rotationsbänder [633] und [631], welche über die Nilsson Quantenzahlen $[Nn_z\Lambda]$ in der Beschreibung über ein deformiertes Kernpotential charakterisiert sind [Mot55, Nil69]. Für die einzelnen Zustände ist der jeweilige Kern-Gesamtdrehimpuls J und die Parität der Wellenfunktion π in der Form J^π angegeben.

Basierend auf dem gemessenen γ -Spektrum von ^{229}Th , welches über den α -Zerfall von ^{233}U entsteht, wurde bereits 1976 ein sehr kleiner Energieunterschied < 100 eV zwischen dem Grund- ($5/2^+$ [633]) und dem ersten angeregten Zustand ($3/2^+$ [631]) vorhergesagt [Kro76]. Die momentan überzeugendste Messung für die Energiedifferenz der beiden Zustände erfolgte indirekt mit einem Mikrokalorimeter für Röntgenstrahlung mit einer Energieauflösung $\Delta E_{\text{FWHM}} \sim 26$ eV und ergab für die Isomerenergie einen Wert von $E_{\text{is}} = (7,8 \pm 0,5)$ eV [Bec07, Bec09]. Diese Kernanregung, deren Energie einem Photon mit einer Wellenlänge von ungefähr 160 nm entspricht, liegt als einzig bekannte im Zugangsbereich moderner optischer Laserspektroskopie [Pei03] und stellt eine mögliche Brücke zwischen den Gebieten der Atom- und der Kernphysik

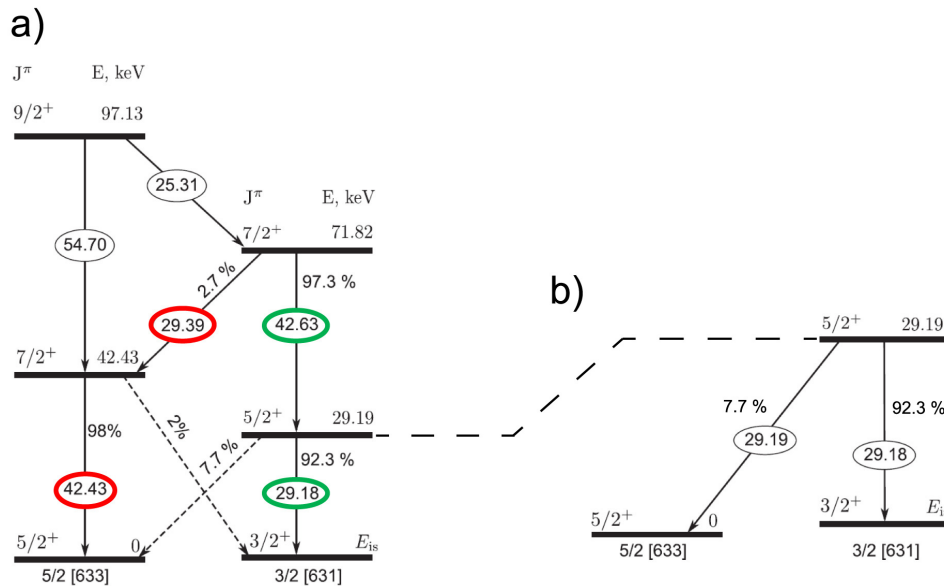


Abbildung 2.1: Ausschnitt aus dem Termschema von ^{229}Th mit Zerfällen und Energien in keV. a) Indirekte Bestimmung der Isomerenergie E_{is} nach [Bec07, Bec09] unter Berücksichtigung von Interband-Übergängen (gestrichelte Linien). b) Indirekte Bestimmung von E_{is} durch Auflösen des 29,18 keV-Dubletts. Abbildung nach [Kaz14].

sik dar. Die Messung des obigen Wertes für die Isomerenergie erfolgte dabei über die Energiebestimmung von vier bestimmten γ -Linien von ^{229}Th . Diese sind in Abbildung 2.1 a) farblich markiert. Ausgehend vom Kernzustand mit einer Anregungsenergie von 71,82 keV ($7/2^+$, [631]) endet die Abfolge von zwei dieser Übergänge im isomeren Zustand (grün) und für die anderen zwei im Grundzustand (rot). Aus der Energiedifferenz der beiden Zerfallswege kann auf den Energieunterschied zwischen isomerem Zustand und Grundzustand geschlossen werden. Bei der Bestimmung der Isomerenergie E_{is} müssen allerdings die nicht aufgelösten Interband-Übergänge (gestrichelte Linien) berücksichtigt werden. Damit gehen über die Verzweigungsverhältnisse bei dieser Methode zusätzliche theoretische Parameter ein.

Eine indirekte Messmethode, die ohne zusätzliche Parameter auskommt, ist in Abbildung 2.1 b) skizziert. Der Kernzustand ($5/2^+$ [631]) zerfällt hauptsächlich in den isomeren Zustand. Mit einem erwarteten Anteil von 7,7% findet auch ein Interband-Übergang zwischen den beiden Rotationsbändern in den Grundzustand statt. Die Aufspaltung dieses 29,18 keV-Dubletts entspricht somit gerade der gesuchten Isomerenergie E_{is} . Die Möglichkeit das Dublett mit hochauflösenden metallischen magnetischen Kalorimetern, die im folgenden Kapitel vorgestellt werden, aufzulösen wird in [Kaz14] diskutiert und scheint möglich zu sein.

Solche beschriebenen indirekten Wege der Bestimmung der Isomerenergie aus höherenergetischen γ -Linien sind notwendig, da die direkte Suche nach γ -Quanten aus dem Zerfall des Isomerzustands bisher fehlschlug [Sha99, Utt99]. Dies hängt sehr wahrscheinlich damit zusammen, dass der dominante Zerfall des Isomerzustands für neutrale Th-Kerne nicht die Emission eines Photons, sondern über innere Konversion stattfindet. Dabei wird die durch den Übergang des Kerns in einen niederenergetischen Zustand freigewordene Energie auf ein Hüllenelektron übertragen, welches dadurch emittiert wird. Für neutrale Thoriumatome wird ein Zerfall des Isomerzustands über innere Konversion mit einer Halbwertszeit im Bereich von Mikrosekunden vorhergesagt [Kar07, Tka15]. Überschreitet die Ionisierungsenergie den Energieunterschied zwischen isomerem Zustand und Grundzustand, so ist der Zerfall über innere Konversion energetisch verboten. Für Thoriumionen mit einem Ladungszustand $\geq 1^+$ wird daher eine Halbwertszeit des Isomerzustands von Minuten bis Stunden erwartet [Kar07, Tka15]. Die erste direkte Beobachtung des Isomerzustands erfolgte daher auch über den Nachweis von Elektronen aus dem Zerfall über innere Konversion [vdW16]. Für neutrale Thoriumatome wurde zudem als obere Grenze eine Halbwertszeit von einer Sekunde beobachtet. Der Zerfall über innere Konversion scheint somit energetisch erlaubt. Im Ladungszustand 2^+ konnte hingegen ein unteres Limit für die Halbwertszeit von 60 s bestimmt werden. Innere Konversion scheint demnach energetisch verboten zu sein. Daraus lässt sich folgern, dass die Isomerenergie zwischen der ersten Ionisierungsenergie von Thorium von 6,3 eV und der dritten von 18,4 eV liegt. Dies ist konsistent mit einer bisherigen Messung von $E_{\text{is}} = (7,8 \pm 0,5)$ eV.

3. Metallische magnetische Kalorimeter

Dieses Kapitel gibt einen Überblick über die theoretischen Grundlagen von metallischen magnetischen Kalorimetern. Zunächst wird das Funktionsprinzip zum Messen der Energie von Röntgenquanten erklärt. Danach wird auf den Absorber, die thermodynamischen Eigenschaften des paramagnetischen Sensormaterials und die gradiometrische Auslesegeometrie eingegangen. Zum Schluss folgt ein thermodynamisches Modell zur Beschreibung eines metallischen magnetischen Kalorimeters, um Vorhersagen über die Signalform und Energieauflösung zu machen.

3.1 Funktionsweise

Allgemein besteht ein Kalorimeter aus einem Absorber und einem Thermometer und wird beispielsweise zur Detektion von Röntgenquanten verwendet. Ein Energieeintrag durch ein Teilchen in den Absorber verursacht einen Anstieg der Temperatur. Der Temperaturanstieg wird mit dem Thermometer gemessen und so kann auf die Energie des absorbierten Teilchens rückgeschlossen werden. Über ein schwach an das Thermometer angekoppeltes Wärmebad wird die eingetragene Wärme abgeführt und das System geht wieder in einen wohldefinierten Ausgangszustand über. Im Falle eines metallischen magnetischen Kalorimeters, welches schematisch in Abbildung 3.1 gezeigt ist, dient ein gut an den Absorber gekoppelter paramagnetischer Sensor als Thermometer [Ban93, Fle05].

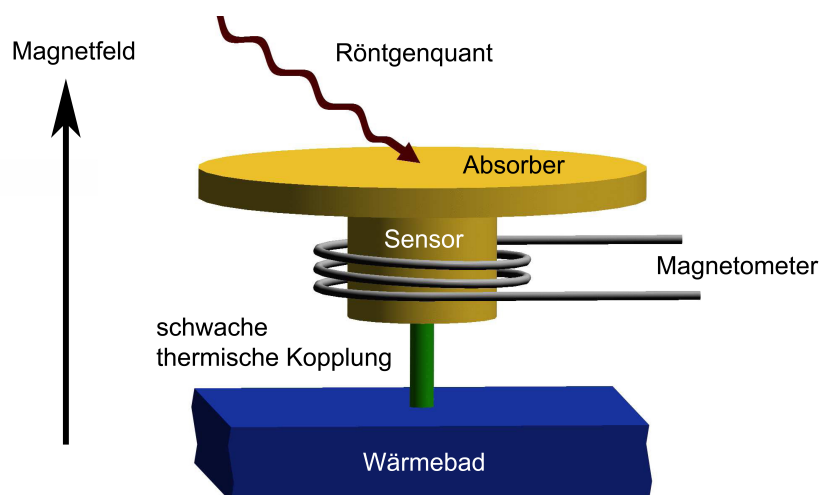


Abbildung 3.1: Schematische Darstellung eines metallischen magnetischen Kalorimeters.

Ein im Absorber deponierter Energieeintrag δE führt zu einer Temperaturänderung δT des Systems. In linearer Näherung ist der gemessene Temperaturanstieg

$$\delta T \simeq \frac{\delta E}{C_{\text{tot}}} \quad (3.1)$$

über die Wärmekapazität C_{tot} des Gesamtsystems aus Absorber und Sensor mit dem zu bestimmenden Energieeintrag verknüpft.

Das paramagnetische Sensormaterial besteht aus einem metallischen Wirtskristall mit eingebetteten magnetischen Ionen. Bei Vorgabe eines konstanten Magnetfelds ist die Anzahl in Feldrichtung ausgerichteter Spins von der Temperatur bestimmt. Der Sensor besitzt somit eine temperaturabhängige Magnetisierung. Eine kleine Temperaturänderung δT verursacht näherungsweise eine Änderung

$$\delta M \simeq \frac{\partial M}{\partial T} \delta T \quad (3.2)$$

der Magnetisierung des Sensors. Dies hat eine Änderung des magnetischen Flusses $\delta \Phi$ in einer Detektionsspule um den Sensor zur Folge, welche beispielsweise mit einem in Kapitel 4.2 beschriebenen SQUID¹-Magnetometer gemessen werden kann. Für kleine Änderungen ist die gemessene Flussänderung

$$\delta \Phi \propto \delta M \simeq \frac{\partial M}{\partial T} \frac{\delta E}{C_{\text{tot}}} \quad (3.3)$$

somit proportional zum Energieeintrag δE . Für ein möglichst großes Flusssignal sind eine kleine Gesamtwärmekapazität C_{tot} und eine möglichst große Änderung der Magnetisierung mit der Temperatur notwendig. Beide Aspekte sind mit dem Betrieb bei Temperaturen im mK-Bereich erreichbar. Der Beitrag von Phononen bzw. Elektronen zur Wärmekapazität nimmt mit T^3 bzw. T mit der Temperatur ab und die Magnetisierung folgt bei tiefen Temperaturen dem Curie-Gesetz $M \propto 1/T$.

3.2 Absorber

Der Absorber dient zur vollständigen Aufnahme der Energie eines zu detektierenden Teilchens. Er steht in thermischem Kontakt mit dem Sensor, wodurch die aufgenommene Teilchenenergie die Sensortemperatur und damit dessen Magnetisierung ändert. Aufgrund der relativ hohen spezifischen Wärme des paramagnetischen Sensormaterials und der damit verbundenen Limitierung des Detektorvolumens wird auf eine direkte Absorption im Sensor verzichtet.

Im Absorber sollen möglichst viele einfallende Teilchen gestoppt und deren Ener-

¹Superconducting **Q**uantum **I**nterference **D**evice

gie vollständig aufgenommen werden. Für Röntgenquanten mit einer Energie unter 1 MeV ist die dominante Wechselwirkung der Photoeffekt. Da der Wirkungsquerschnitt für den Photoeffekt etwa mit Z^4 skaliert, ist ein Absorbermaterial mit hoher Kernladungszahl Z von Vorteil.

Ein Röntgenabsorber aus Gold ($Z=79$) stellt einen Kompromiss zwischen seinem hohen Absorptionswirkungsquerschnitt und hoher Wärmeleitfähigkeit auch bei tiefen Temperaturen zu der vergleichsweise hohen spezifischen Wärme durch die Leitungselektronen dar. Von Vorteil sind auch eine geringe Eigenaktivität und Möglichkeiten der defektarmen mikrostrukturierten Verarbeitung.

Eine genaue Beschreibung der internen Thermalisierung des Absorbers mit zugehörigen Zeitskalen nach dem Photoeffekt findet sich in [Ens00]. Unter anderem entstehen dabei hochfrequente athermische Phononen. Entkommt ein athermisches Phonon in das Substrat ohne weiter zu thermalisieren, so wird dem zugehörigen Detektorsignal aufgrund des Wärmeverlusts eine kleinere als die tatsächliche Energie zugeordnet. Dieses Phänomen zeigt sich als eine niederenergetische Flanke in gemessenen Linienspektren [vS09, Ran14]. Durch eine verringerte Kontaktfläche zwischen Absorber und Sensor kann dieser Effekt abgeschwächt werden. Als Lösung kann der Absorber auf Goldstämmen und ansonsten frei über dem Sensor stehend fabriziert werden. Durch die Stämme thermalisiert der Absorber zudem vollständig bevor es zu einer Temperaturerhöhung im Sensor kommt. Dadurch wird eine Positionsabhängigkeit des Detektorsignals vom Absorptionsort des Teilchens im Absorber, wie sie in [Pie12] gefunden wurde, vermieden.

Mit der Fläche und Dicke des Absorbers nimmt die Wärmekapazität des Detektors und damit auch die erreichbare instrumentelle Linienbreite zu (vgl. Gleichung 3.9). Andererseits bedeutet ein größerer Absorber mehr Detektionsfläche und mit der Dicke nimmt die Quanteneffizienz zu. Beides führt zu einer höheren Anzahl detektierter Photonen. Je nach Anwendung muss daher ein Kompromiss zwischen Auflösung und Absorptionsvermögen oder aktiver Fläche getroffen werden.

3.3 Sensormaterial

Als paramagnetisches Sensormaterial bietet sich ein metallischer Wirtskristall mit eingebetteten magnetischen Ionen an, da auch bei tiefen Temperaturen eine große Temperaturabhängigkeit der Magnetisierung besteht. Zudem sorgt die starke Kopplung zwischen Leitungselektronen und lokalisierten magnetischen Momenten für eine schnelle Thermalisierung zwischen Leitungselektronen und Spins. Beispiele solcher Sensormaterialien sind Gold oder Silber dotiert mit einigen hundert ppm Er, Au:Er beziehungsweise Ag:Er.

Unter Abgabe von drei Elektronen besetzten Er^{3+} -Ionen in der Elektronenkonfigura-

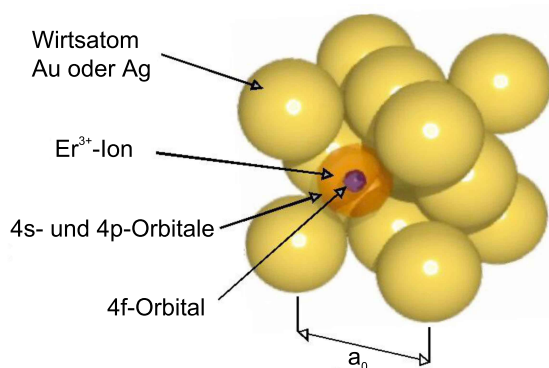


Abbildung 3.2: Schematischer Gitterausschnitt einer Au:Er- bzw. Ag:Er-Legierung. Die Er^{3+} -Ionen nehmen reguläre Gitterplätze in der fcc-Matrix der Wirtsstruktur mit Gitterkonstante $a_0 \approx 4,08 \text{ \AA}$ ein.

tion $[\text{Kr}]4d^{10}4f^{11}5s^25p^6$ reguläre Gitterplätze der kubisch flächenzentrierten Kristallstruktur der Gold- oder Silberatome (siehe Abbildung 3.2). Aufgrund des unvollständig gefüllten 4f-Orbitals besitzen die Er^{3+} -Ionen ein permanentes magnetisches Moment. Das resultierende paramagnetische Verhalten dominiert den diamagnetischen Einfluss des Wirtskristalls unterhalb von 50 K. Die weiter außen liegenden 5s- und 5p-Elektronen reduzieren den Einfluss des Kristallfeldes am Ort der 4f-Elektronen.

Für eine Optimierung des Detektors ist es notwendig die Eigenschaften des Sensormaterials, insbesondere Wärmekapazität und Magnetisierung, möglichst gut beschreiben zu können. Über 100 K können für den magnetischen Dipol der Er-Ionen Gesamtspin $S = 3/2$, Gesamtbahndrehimpuls $L = 6$ und Gesamtdrehimpuls $J = 15/2$ mit den Hundschen Regeln berechnet werden. Daraus folgt ein Landé-Faktor von $g_J = 6/5$. Mit einem magnetischen Moment $\boldsymbol{\mu} = -g_J \mu_B \mathbf{J}$ der Er-Ionen lässt sich die magnetische Suszeptibilität von Au:Er und Ag:Er oberhalb dieser Temperatur beschreiben [Wil69].

Bei tieferen Temperaturen muss der Einfluss des Kristallfeldes berücksichtigt werden. Durch diesen ist die 16-fache Entartung des Grundzustandes der Er^{3+} -Ionen aufgehoben und es ergibt sich eine Gruppe von Multipletts. Der Abstand zwischen dem energetisch günstigsten Γ_7 -Dublett und dem nächsthöheren Zustand wurde mit Neutronen-Streuung gemessen [Hah92]. Für die Au:Er-Legierung ergab sich ein Wert von $\Delta E/k_B = 17 \text{ K}$ und für Ag:Er von $\Delta E/k_B = 25 \text{ K}$ für die Energieaufspaltung im Nullfeld. Daher kann das magnetische Verhalten der Er-Ionen bei Temperaturen unter 1 K und kleinen Magnetfeldern durch ein Zwei-Niveau-System mit effektivem Quasi-Spin $\tilde{S} = 1/2$ und effektivem g-Faktor $\tilde{g} = 34/5$ [Abr70], welches in einem äußeren Magnetfeld eine Zeeman-Aufspaltung $\epsilon = \tilde{g} \mu_B B$ erfährt, beschrieben werden. Unter Berücksichtigung der Dipol-Dipol-Wechselwirkung zwischen den Er-Ionen und der indirekten RKKY²-Austauschwechselwirkung vermittelt durch den Spin der Leitungselektronen können mit experimentellen Daten übereinstimmende Vorhersagen für die thermodynamischen Größen der Legierungen getroffen werden [Fle03, Bur08].

²Rudermann Kittel Kasuya Yosida

Mit einem Wechselwirkungsparameter α wird hierbei die relative Stärke der RKKY-Wechselwirkung bezogen auf die Dipol-Dipol-Wechselwirkung beschrieben.

Im Folgenden wird kurz auf die Unterschiede der beiden Legierungen beim Einsatz als Sensormaterial eingegangen. Der unerwartet hohe Wert der Wärmekapazität einer Goldprobe mit einem Erbiumanteil von 660 ppm im Temperaturbereich von 70 μ K bis 100 mK [Her00] und die Signalform magnetischer Kalorimeter mit einer Au:Er-Legierung als Sensormaterial [Fle98] sind Anzeichen für einen zusätzlichen Freiheitsgrad, der neben dem Spin-System des Erbiums merklich zur Wärmekapazität beiträgt. In [Ens00] konnte der zusätzliche Beitrag zur Wärmekapazität auf die Kerne der Goldatome des Wirtskristalls zurückgeführt werden. Das natürlich fast ausschließlich vorkommende Isotop ^{197}Au besitzt einen Kernspin $I = 3/2$ mit einem relativ großen Kernquadrupolmoment von 0,55 b [Pow74]. Die resultierenden Energiezustände sind aufgrund der Symmetrie der kubischen Kristallstruktur in reinem Gold entartet. In die Goldstruktur eingebaute Er-Ionen führen wegen der unterschiedlichen Ionengröße und dem anderen Ladungszustand in ihrer Umgebung zu einer Störung der kubischen Symmetrie des elektrischen Feldgradienten am Ort der Goldkerne. Dadurch wird die Entartung der Energieeigenzustände aufgehoben, was zu einem zusätzlichen Wärmekapazitätsbeitrag führt.

Die natürlichen Silberisotope ^{107}Ag und ^{109}Ag besitzen hingegen einen Kernspin $I = 1/2$ ohne Kernquadrupolmoment. Ein zusätzlicher Beitrag zur Wärmekapazität durch die Kernspins wird damit bei Ag:Er vermieden. Allerdings ist die Wechselwirkung zwischen den lokalisierten magnetischen Momenten der Er-Ionen im Falle von Ag:Er stärker. Magnetisierung und Signalgröße konnten bei Messungen mit einer Ag:Er-Folie als Sensor am besten mit einem Wechselwirkungsparameter von $\alpha = 15$ beschrieben werden [Bur08]. Die stärkere Wechselwirkung hat eine Reduktion der Signalgröße beim Einsatz von Ag:Er im Vergleich zu Au:Er ($\alpha = 5$; [Fle03]) zur Folge [Bur08]. Das für die Messungen in dieser Arbeit verwendete metallische magnetische Kalorimeter (siehe Kapitel 4.3) verwendet als paramagnetischen Sensor eine gesputterte Schicht aus Ag:Er mit einer Erbiumkonzentration von 338 ppm.

3.4 Auslesegeometrie

Der Anspruch einer kleinen Wärmekapazität für ein großes Messsignal (vgl. Gleichung 3.3) beziehungsweise eine gute Energieauflösung (vgl. Gleichung 3.9) lässt sich durch eine Mikrostrukturierung des Detektors erfüllen. Mithilfe von Simulationen kann ein Parametersatz, der die Detektorgeometrie beschreibt, für die jeweilige Anwendung optimiert werden. Abbildung 3.3 zeigt ein Detektordesign mit planaren, mäanderförmigen Detektionsspulen in gradiometrischer Anordnung und auf Stämmen über dem Sensor stehendem Absorber aus Gold, welches sich in der Vergangen-

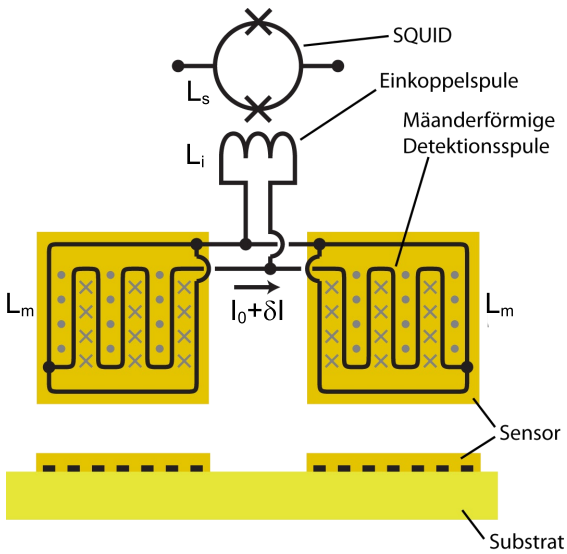


Abbildung 3.3: Schematische Aufsicht und Schnitt zweier gradiometrisch verschalteter mäanderförmiger Detektionsspulen mit induktiver Kopplung an ein SQUID über eine Einkoppelspule.

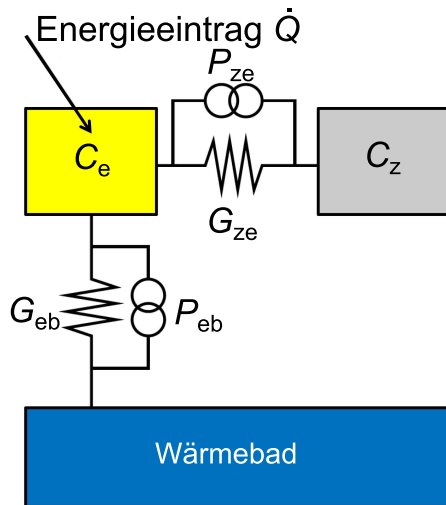
heit bewährt hat.

Zur Auslese der Magnetisierungsänderung δM des Sensormaterials dient eine Detektionsspule, die über einen supraleitenden Flusstransformator induktiv an ein SQUID-Magnetometer (siehe Kapitel 4.2) gekoppelt ist. Detektionsspule des Detektors und Einkoppelspule des SQUIDs, welches sich auf einem separaten Chip befindet, sind über Bonddrähte elektrisch verbunden. Durch diese indirekte induktive Kopplung können Detektor- und SQUID-Chip räumlich getrennt werden, um den Wärmeeintrag durch das SQUID in den Detektor zu vermindern.

Für einen gradiometrischen Aufbau sind wie in Abbildung 3.3 dargestellt zwei planare, mäanderförmige Detektionsspulen parallel mit der Einkoppelspule eines SQUIDs geschaltet. In den Spulen aus Niob kann ein supraleitender Dauerstrom I_0 , der ein schwaches, inhomogenes Magnetfeld hervorruft, präpariert werden [Kam10]. Die Detektionsspule dient somit gleichzeitig als felderzeugende Spule, deren Magnetfeld den darüberliegenden Sensor, der durch eine Isolationsschicht elektrisch getrennt ist, durchdringt.

Durch das konstante Magnetfeld werden die Elektronenspins der Er-Ionen im Sensormaterial teilweise ausgerichtet und es besitzt dadurch eine temperaturabhängige Magnetisierung. Da der magnetische Fluss in einer geschlossenen supraleitenden Schleife erhalten bleibt, sorgt eine Flussänderung $\delta\Phi$ in einer der beiden Detektionsspulen für einen Abschirmstrom δI . Dieser gleicht die Änderung des Flusses wieder aus und fließt zum Teil auch durch die Einkoppelspule des SQUIDs. Die resultierende Flussänderung im SQUID

$$\delta\Phi_S = \frac{M_{is}}{L_m + 2(L_i + L_w)} \delta\Phi \quad (3.4)$$

**Abbildung 3.4:**

Thermodynamisches Modell eines metallischen magnetischen Kalorimeters mit zwei Subsystemen aus Wärmekapazitäten C_e der Leitungselektronen und C_z des Zeeman-Systems. Ebenfalls aufgeführt sind intrinsische Rauschquellen P und Wärmeleitfähigkeitskoeffizienten G .

hängt von der Gegeninduktivität M_{is} zwischen Einkoppelspule und SQUID, der Induktivität L_m jeder der beiden Detektionsspulen, der Induktivität L_i der Einkoppelspule und L_w der Bonddrähte ab.

Durch das parallele Verschalten zweier Einzelspulen besitzen die Kompensationsströme der beiden Einzelpixel eine entgegengesetzte Richtung und die Signale folglich eine unterschiedliche Polarität. Dadurch können mit einem SQUID gleichzeitig zwei Detektorpixel ausgelesen werden. Zudem stellt die Schaltung bei identischem Aufbau der beiden Einzelpixel ein Gradiometer erster Ordnung dar: Ungewollte Fluktuationen externer Magnetfelder oder Temperaturschwankungen, die beide Detektionsspulen gleich betreffen, heben sich durch die entgegengesetzte Polarität auf.

3.5 Signalform und Energieauflösung

Die thermodynamischen Eigenschaften eines metallischen magnetischen Kalorimeters lassen sich als kanonisches Ensemble mit zwei Subsystemen beschreiben [Fle03]. In Abbildung 3.4 ist das Modell aus dem System der Leitungselektronen von Absorber und Sensor mit der Wärmekapazität C_e mit Temperatur T_e und dem Zeeman-System der magnetischen Momente des Sensors mit der Wärmekapazität C_z und Temperatur T_z zu sehen. Die Wärmeleitfähigkeitskoeffizienten G_{eb} beziehungsweise G_{ze} beschreiben die thermische Verbindung des Elektronensystems mit dem Wärmebad der Temperatur T_b beziehungsweise dem Zeeman-System. Fluktuationen des Wärmeflusses durch die thermischen Verbindungen werden durch die beiden Rauschquellen P_{eb} und P_{ze} modelliert. Die zeitliche Energieänderung im Elektronensystem $\dot{E}_e(t)$ und im Zeeman-System $\dot{E}_z(t)$ nach einem Wärmeeintrag $\dot{Q}(t)$ in das Elektronensystem

lassen sich durch zwei gekoppelte Differentialgleichungen

$$\dot{E}_z(t) = C_z \dot{T}_z(t) = -(T_z - T_e)G_{ze} + P_{ze}(t) \quad (3.5)$$

$$\dot{E}_e(t) = C_e \dot{T}_e(t) = -(T_e - T_z)G_{ze} - (T_e - T_b)G_{eb} - P_{ze}(t) - P_{eb}(t) + \dot{Q}(t) \quad (3.6)$$

beschreiben [Fle03].

Signalform

Eine Änderung der Energie im Zeeman-System ist proportional zu einer detektierbaren Flussänderung und gibt somit Aufschluss über den zeitlichen Verlauf eines Detektorsignals. Um das Detektorverhalten auf einen instantanen Leistungseintrag $\dot{Q}(t) = E \cdot \delta(t)$ zu untersuchen, werden die Rauschbeiträge $P_{eb}(t) = P_{ze}(t) = 0$ gesetzt. Mit der Punktantwortfunktion $p(t)$ erhält man als Lösung für den zeitlichen Verlauf der Energie im Zeeman-System

$$E_z(t) = E_{z,0} \cdot p(t) = E \cdot \frac{C_z}{C_z + C_e} \cdot (e^{-t/\tau_1} - e^{-t/\tau_0}). \quad (3.7)$$

Hierbei ist $E_{z,0} = E \cdot C_z / (C_z + C_e)$ der Energieeintrag in das Zeeman-System und die Zeitkonstanten τ_1 und τ_0 sind die durch die Wärmekapazitäten und Wärmeleitfähigkeiten der Systeme bestimmte Abfallszeit und Anstiegszeit des Detektorsignals. Ein resultierendes typisches Detektorsignal besitzt einen schnellen Anstieg mit τ_0 im Bereich von 100 ns bis 1 μ s, gefolgt von einer Relaxation mit τ_1 im Bereich von Millisekunden in den Ausgangszustand. Die Zeitkonstanten können durch die thermischen Kopplungen zwischen Absorber, Sensor und Wärmebad in einem weiten Bereich eingestellt werden. Die kürzeste Anstiegszeit ist dabei durch die Kopplung zwischen den Leitungselektronen und den magnetischen Momenten nach der Korringa-Relation auf etwa 100 ns begrenzt. Die eingestellte Abfallszeit gibt die maximale Rate an Ereignissen, bis zu der Pileups nicht in signifikanter Anzahl auftreten, vor.

Fundamentale Energieauflösung

Mithilfe des kanonischen Ensembles aus Abbildung 3.4 und den zugehörigen in den Fourier-Raum transformierten Differentialgleichungen lassen sich die thermodynamischen Fluktuationen im System der magnetischen Momente beschreiben [Fle03]. Dabei wird von einem Leistungseintrag $\dot{Q}(t) = 0$ ausgegangen und den beiden Rauschquellen P_{eb} und P_{ze} analog zum thermischen Stromrauschen eines Widerstandes die Leistungsspektren $S_{P_{eb}} = 4k_B T^2 G_{eb}$ und $S_{P_{ze}} = 4k_B T^2 G_{ze}$ zugeordnet. Unter der Annahme, dass die Wärmekapazitäten C_z und C_e nicht zu verschieden sind und die Signalanstiegszeit deutlich kleiner als die Signalabfallszeit ist, erhält man für das

Leistungsspektrum der Energiefluktuationen im Zeeman-System

$$S_{E_z}(f) = k_B C_Z T^2 \left(\frac{(1 - \beta) 4\tau_0}{1 + (2\pi\tau_0 f)^2} + \frac{\beta 4\tau_1}{1 + (2\pi\tau_1 f)^2} \right). \quad (3.8)$$

Der Parameter $\beta = C_z/(C_z + C_e) \simeq 0,5$ gibt den Anteil der Wärmekapazität des Spin-Systems an der Gesamtwärmekapazität an. Aus dem Signal-zu-Rauschen-Verhältnis $SNR(f) = |\tilde{p}(t)|^2/S_{E_z}(f)$ mit der Punktantwortfunktion $\tilde{p}(t)$ im Fourier-Raum berechnet sich bei einer Datenauswertung mit optimalem Filter [Fle03] die Standardabweichung der Energieverteilung $\sigma_E = (\int_0^\infty SNR^2(f)df)^{-1/2}$. Folgt die instrumentelle Linienverbreiterung einer Gauß-Verteilung so ist die Halbwertsbreite (FWHM³)

$$\Delta E_{FWHM} = 2\sqrt{2 \ln(2)} \cdot \sigma_E = 2,35\sqrt{4k_B C_e T^2} \left(\frac{1}{\beta(1 - \beta)} \frac{\tau_0}{\tau_1} \right)^{1/4} \quad (3.9)$$

ein Maß für die Energieauflösung des Detektors. Sie ist demnach durch thermodynamische Fluktuationen zwischen den Subsystemen fundamental begrenzt. Für eine gute Energieauflösung sollten Temperatur T , elektronische Wärmekapazität C_e und Anstiegszeit τ_0 möglichst klein sein. Die Abfallszeit τ_1 sollte hingegen möglichst lang sein.

Angelehnt an die Eigenschaften des verwendeten maXs30-Detektors (siehe Kapitel 4.3) ergibt sich beispielsweise für eine Wärmekapazität $C_e = 10$ pJ/K der Elektronen, einem gleichgroßen Wärmekapazitätsbeitrag durch das Zeeman-System ($\beta = 0,5$) und mit Zeitkonstanten $\tau_0 = 1$ μ s und $\tau_1 = 1$ ms bei einer Temperatur von $T = 30$ mK eine instrumentelle Linienverbreiterung $\Delta E_{FWHM} = 2,7$ eV aufgrund von thermodynamischen Fluktuationen.

Weitere Rauschbeiträge

Neben den thermodynamischen Fluktuationen im Zeeman-System gibt es weitere Rauschbeiträge, die die Energieauflösung des Detektors beeinflussen und sich inkohärent aufaddieren. Hierzu zählen das Rauschen der verwendeten SQUID-Magnetometer, das 1/f-Rauschen der Er-Ionen des Sensormaterials und zusätzliches magnetisches Johnson-Rauschen von normalleitenden Materialien in Detektor- und SQUID-Umgebung.

Das zur Auslese verwendete SQUID-Magnetometer (siehe Kapitel 4.2) hat einen konstanten weißen Rauschbeitrag $S_{\Phi, SQ}^w$ und einen niederfrequenten frequenzabhängigen Rauschanteil $S_{\Phi, SQ}^{1/f} \propto 1/f^\eta$. Der Exponent η liegt zwischen 0,5 und 1 [Dru11]. Für hohe Frequenzen $f > 10$ kHz dominiert der konstante Rauschbeitrag des SQUID-Magnetometers das Gesamttrauschen.

³Full Width at Half Maximum

Bei Messungen mit einem paramagnetischen Sensormaterial aus Au:Er wird ein Beitrag zum niederfrequenten magnetischen Flussrauschen, der den Er-Ionen zugeordnet wird, beobachtet. Experimentell wird keine Temperaturabhängigkeit zwischen 30 mK und 4,2 K aber ein Anstieg des Rauschbeitrags mit der Anzahl N_{Er} an Er-Ionen beobachtet. Für Detektoren mit Au:Er als Sensormaterial lässt sich der Rauschbeitrag empirisch mit $S_{\Phi, \text{Er}}(f) \propto N_{\text{Er}} S_{\text{m}}(f)$ beschreiben. Hierbei ist $S_{\text{m}}(f) \approx 0,1 \mu_{\text{B}}^2 / f$ mit dem Bohrschen Magneton μ_{B} der magnetische Rauschbeitrag eines einzelnen Erbiums [Fle03, Dan05, Pab08, Pie12]. Die genauen physikalischen Hintergründe sind noch nicht verstanden. Im niederfrequenten Bereich ist das 1/f-Rauschen der Er-Ionen zusammen mit dem thermodynamischen Rauschen und dem 1/f-Anteil des SQUID-Rauschens dominant.

Die Ursache des zusätzlichen magnetischen Johnson-Rauschens ist die thermische Bewegung von Leitungselektronen normalleitender Komponenten wie Absorber oder Experimentierplattform in der Nähe der Detektionsspule oder des SQUIDs. Die ungerichtete Bewegung der Elektronen sorgt für zeitlich fluktuierende Magnetfelder, die ein magnetisches Flussrauschen hervorrufen. In Analogie zum Stromrauschen eines Widerstands [Nyq28] folgt die Bezeichnung magnetisches Johnson-Rauschen. Der genaue Beitrag ist abhängig von der Geometrie des jeweiligen Detektors und bei den hier diskutierten Detektorgeometrien vernachlässigbar.

4. Experimentelle Grundlagen

Dieses Kapitel behandelt die experimentellen Grundlagen der durchgeführten spektroskopischen Messungen. Zunächst werden die verwendeten Strahlungsquellen vorgestellt. Es folgt eine Einführung in die Funktionsweise von SQUID-Magnetometern und die zweistufige Auslesetechnik mit Flussrückkopplung. Danach werden das zweidimensionale maXs30-Detektor-Array, welches auf dem Prinzip metallischer magnetischer Kalorimeter basiert, und der zugehörige Experimentaufbau im Kryostaten zur Auslese von 32 Kanälen erläutert. Abschließend wird auf den Aufbau zur Messung mit einer Röntgenlinse und einem dazu passenden Strahlenschutzkasten eingegangen.

4.1 Strahlungsquellen

Im Folgenden wird der Aufbau der verwendeten ^{233}U -Quelle, die mit einer Halbwertszeit von $1,59 \cdot 10^5$ a über α -Zerfall in das zu untersuchende angeregte ^{229}Th zerfällt, beschrieben. Als weitere Strahlungsquelle wird der pyroelektrische Röntgengenerator COOL-X vorgestellt. Zudem kam eine ^{241}Am -Kalibrationsquelle zum Einsatz, welche in [Pie12] eingehend untersucht und beschrieben wurde.

4.1.1 ^{233}U -Quelle

Die ^{233}U -Quelle wurde am Atominstitut der TU Wien hergestellt und für Messungen am Kirchhoff-Institut zur Verfügung gestellt. In Abbildung 4.1 ist ein schematischer Querschnitt der zylindrischen Quelle zu sehen. Das Isotop ^{233}U kommt nicht natürlich vor und muss künstlich erbrütet werden. Massenspektrometrie des Ausgangsmaterials zeigt einen Anteil $> 90\%$ an ^{233}U mit Anteilen der Uranisotope mit Massenzahlen 232, 234, 235 und 238 sowie das Zerfallsprodukt ^{229}Th [Kaz14]. Durch einen PUREX¹-Prozess erfolgte eine weitere Steigerung der Reinheit der Quelle.

Zur Präparation der Quelle wird ^{233}U als Oxid elektrochemisch auf Edelstahl aufgebracht. Dabei erfolgt zugleich eine weitere Reinigung des Ausgangsmaterials. Die angestrebte Schichtdicke von 15-20 μm ist als Einzelschicht schwer zu erreichen [LZ99]. Daher wird auf 1 Zoll (25,4 mm) Edelstahlfolien mit einer Dicke von 5 μm durch Elektrodeposition zwischen 9 mg und 17 mg Uran abgeschieden und neun solcher Folien aufeinandergelegt. Insgesamt wurden so 109,69 mg Uran, was einer Gesamtaktivität von 38 MBq entspricht, präpariert ohne die Zählrate im interessanten Bereich von

¹Plutonium-Uranium Recovery by Extraction

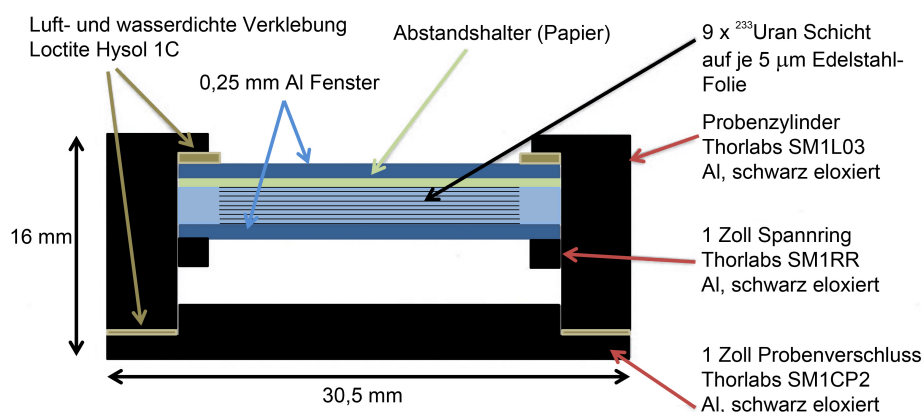


Abbildung 4.1: Schematischer Querschnitt des zylindrischen Aufbaus der verwendeten ^{233}U -Quelle.

29 keV durch die Trägerschichten signifikant zu verringern. Im Gegensatz dazu spielt der Einfluss von Selbstabsorption im Quellenmaterial mit zunehmender Tiefe eine immer größere Rolle, weshalb die Quellendicke nicht sinnvoll beliebig gesteigert werden kann.

Das Uranpräparat befindet sich in einem hermetisch abgeschlossenen Aluminiumzylinder mit einer Wandstärke von 2,5 mm und einem 0,25 mm dicken Austrittsfenster. Der Aluminiumzylinder ist mit einem Spezialkleber luftdicht und säurebeständig versiegelt.

4.1.2 Pyroelektrischer Röntgenerators

Als neue mobile Strahlungsquelle wurde im Rahmen dieser Arbeit der pyroelektrische Röntgenerators COOL-X der Firma Amptek, welcher in Abbildung 4.2 gezeigt ist, in Betrieb genommen und charakterisiert. Pyroelektrische Kristalle haben einen permanenten elektrischen Dipol. Bei einer Temperaturänderung verschieben sich die Positionen der Atome leicht. Als Folge ändert sich die Polarisierung und gegenüberliegende Kristallflächen laden sich entgegengesetzt elektrisch auf. Durch periodisches Heizen und Kühlen ist eine Kristallseite je nach momentanem thermischen Zyklus im Vergleich zu einem Kupfertarget auf Massenpotential positiv oder negativ geladen. Das resultierende elektrische Feld beschleunigt Elektronen aus der Restgasumgebung abhängig davon ob geheizt oder gekühlt wird zum Kristall oder in Richtung Kupfermaterial. Die auftreffenden Elektronen verursachen charakteristische Röntgenlinien des Kupfers und des Tantal im pyroelektrischen Kristall des COOL-X Röntgenerators sowie kontinuierliche Bremsstrahlung [Bro99]. Der Röntgenerators strahlt daher nicht kontinuierlich mit konstanter Rate, sondern der Photonenfluss und die Art der charakteristischen Linien sind abhängig vom momentanen thermischen Zu-



Abbildung 4.2: Gehäuse des pyroelektrischen Röntgengenerators COOL-X mit Röntgenzelle.

stand des Kristalls. Da sich die Spannung über dem Kristall nach einer Temperaturänderung bei anschließend konstanter Temperatur durch freie Ladungsträger abbaut, ist der Wechsel zwischen Wärmen und Abkühlen notwendig. Die Zeit zwischen Heizen und Kühlen kann auf zwei bis fünf Minuten eingestellt werden. Die eigentliche Röntgenzelle hat einen Durchmesser von 15 mm mit einer Tiefe von 10 mm und besitzt ein Röntgenfenster aus 250 μm Beryllium. Sie befindet sich am Ende des Generatorgehäuses. Der Betrieb kann über eine 9 V-Batterie oder ein Netzteil erfolgen. Im Gegensatz zu herkömmlichen Röntgenröhren strahlt der COOL-X Röntgengenerator nachdem die Energieversorgung abgeschaltet wurde zunächst zwei bis drei Minuten weiter bis sich der pyroelektrische Kristall im thermischen Gleichgewicht befindet. Für einen sicheren Betrieb besitzt der in Abschnitt 4.5 vorgestellte Strahlenschutzkasten ein zeitgesteuertes Interlocksystem. Eine Steckdose zur Energieversorgung kann von außen ein- und ausgeschaltet werden. Das Sicherheitsschloss des Kastens lässt sich nur öffnen nachdem diese Steckdose eine eingestellte Zeit lang stromlos war. So soll bei Betrieb über das Netzteil erst ein Zugang ermöglicht werden sobald sich ein thermisches Gleichgewicht eingestellt hat und der Röntgengenerator nicht mehr strahlt. Der Hersteller gibt als Strahlungsbelastung während sich der Röntgengenerator im Maximum eines Heiz- oder Abkühlzyklus befindet in einem Abstand von 10 cm ungefähr 5 mSv/h und für die maximale Zählrate im Abstand von 10 cm $2 \cdot 10^5$ Ereignisse/cm²/s an. Ungefähr 75 % dieser Photonen haben eine Energie unter 10 keV. Als Endpunktsenergie des Bremsstrahlungsspektrums werden bis zu 35 keV angegeben.

4.2 SQUID-Magnetometer

Das Funktionsprinzip metallischer magnetischer Kalorimeter beruht wie in Kapitel 3.1 gezeigt auf der temperaturabhängigen Magnetisierung eines paramagnetischen

Sensormaterials. Zur Auslese bieten sich SQUID²-Magnetometer an, die mit hoher Bandbreite sehr genau Änderungen des magnetischen Flusses messen können. SQUIDs beruhen auf dem Josephson-Effekt [Jos62] und der Quantisierung des magnetischen Flusses in geschlossenen, supraleitenden Schleifen [Dol61]. Im Folgenden wird kurz auf die Funktionsweise von dc-SQUIDs, die Linearisierung des SQUID-Signals und die zweistufige Auslesetechnik eingegangen.

4.2.1 dc-SQUIDs

SQUID-Magnetometer wandeln eine magnetische Flussänderung in eine Spannungsänderung um. In Abbildung 4.3 a) ist eine schematische Darstellung eines dc-SQUIDs gezeigt. Es besteht aus einer von zwei Josephson-Kontakten unterbrochenen supraleitenden Schleife mit zwei parallelgeschalteten Shunt-Widerständen. Josephson-Kontakte sind nichtleitende, wenige Nanometer dicke Tunnelkontakte durch die magnetischer Fluss in die Leiterschleife ein- und austreten kann. Die Shunt-Widerstände unterdrücken ein hysteretisches Verhalten des SQUIDs [Cla04]. Bis zu einem kritischen Strom I_C wird ein durch die Schleife fließender Betriebsstrom I_B von kohärent durch die Josephson-Kontakte tunnelnden Cooper-Paaren getragen und es fällt keine Spannung U_S über dem SQUID ab. Sobald der Betriebsstrom den kritischen Strom überschreitet kann der Suprastrom den Betriebsstrom nicht mehr alleine tragen. Zusätzlich fließt ein Strom von tunnelnden Quasiteilchen, der einen Spannungsabfall $U_S \neq 0$ über dem SQUID zur Folge hat. Der kritische Strom hängt mit $I_C \propto |\cos(\pi\Phi_S/\Phi_0)|$ periodisch vom magnetischen Fluss Φ_S durch die Leiterschlei-

²Superconducting Quantum Interference Device

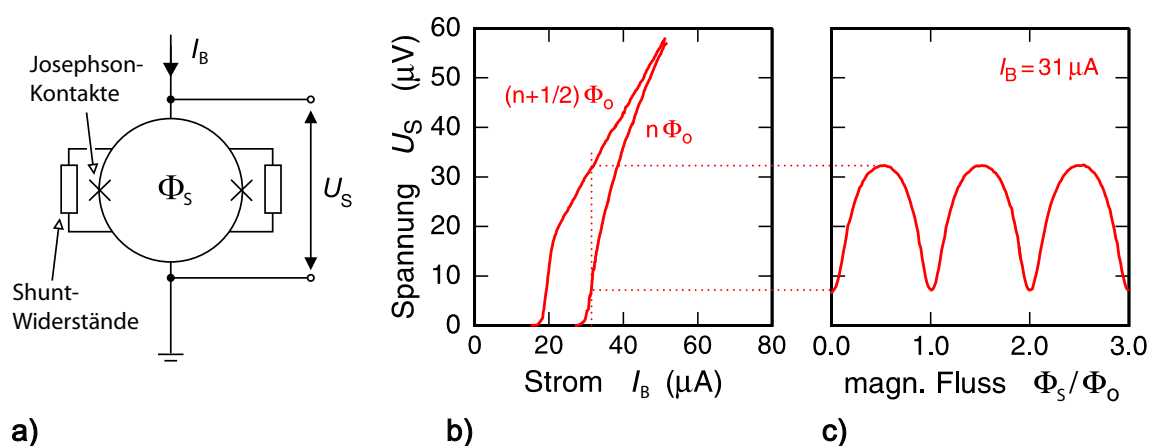


Abbildung 4.3: dc-SQUID: a) Schematischer Aufbau. b) Strom-Spannungs-Kennlinie für Extremfälle des eingeschlossenen Flusses. c) Periodischer Spannungsabfall über dem SQUID bei konstantem Strom als Funktion des magnetischen Flusses. Nach [Wei96].

fe des SQUIDs ab [Cla04]. Hierbei ist die Periode gegeben durch ein Flussquant $\Phi_0 = h/2e = 2,067 \cdot 10^{-15} \text{ Vs}$ mit dem Planckschen Wirkungsquantum h und der Elementarladung e . Für einen Fluss $\Phi_S = n\Phi_0$ mit einer ganzen Zahl n ist der kritische Strom maximal und für $\Phi_S = (n + 1/2)\Phi_0$ minimal. In Abbildung 4.3 b) sind beispielhafte Strom-Spannungs-Kennlinien der beiden Extremfälle zu sehen. Mit geeignetem konstanten Betriebsstrom ist die über dem SQUID abfallende Spannung ebenfalls periodisch vom magnetischen Fluss abhängig (siehe Abbildung 4.3 c)).

4.2.2 Linearisierung des SQUID-Signals

Das Spannungssignal eines dc-SQUIDs hängt nur in einem Bereich $\delta\Phi_S \approx \pm\Phi_0/8$ um den steilsten Punkt einer steigenden oder fallenden Flanke der Fluss-Spannungs-Kennlinie (siehe Abbildung 4.3 c)) annähernd linear vom magnetischen Fluss ab. Um das Ausgangssignal auch bei Änderungen des Flusses um mehrere Flussquanten zu linearisieren und eindeutig zuordnen zu können kann eine Flussrückkopplung mittels einer Raumtemperatur-Elektronik erfolgen [Cla04]. Dazu wird ein Arbeitspunkt, festgelegt durch Betriebsstrom I_b und Betriebsspannung U_b , mit möglichst großer Sensitivität auf Flussänderungen gewählt. Wie in Abbildung 4.4 zu sehen dient die Betriebsspannung als Referenzwert für einen Differenzverstärker. Ändert sich der Fluss im SQUID um $\delta\Phi$ weicht der Spannungsabfall über dem SQUID von der Betriebsspannung ab. Die Differenz wird verstärkt und zeitlich integriert, was eine positive Rückkopplung verhindern soll. Die Ausgangsspannung U des Integrators fällt über einem Rückkoppelwiderstand R_{fb} ab und dient als zur Flussänderung proportionales Messsignal. Der resultierende Stromfluss $I_{fb} = U/R_{fb}$ durch die Rückkoppelpule koppelt induktiv in die SQUID-Schleife ein und verursacht eine dem Fluss $\delta\Phi$ entgegengesetzte Flussänderung $\delta\Phi_{fb} = M_{fb}I_{fb}$ mit der Gegeninduktivität M_{fb} zwischen Rückkoppelpule und SQUID-Schleife. Dadurch wird die anfängliche Flussänderung kompensiert und das SQUID auf dem gewählten Arbeitspunkt gehalten. Die Schaltung besitzt eine endliche Signalfolgegeschwindigkeit und kann daher nur bis zu einer oberen Abschneidefrequenz im Bereich von 1 MHz einer Flussänderung durch Rückkopplung folgen.

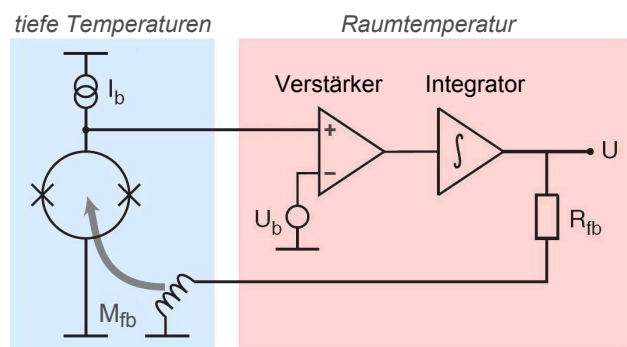


Abbildung 4.4: Prinzipschaltung zur Auslese eines SQUIDs mit Flussrückkopplung.

4.2.3 Zweistufige Auslesetechnik

Um die Limitierung durch das Eingangsspannungsrauschen der Raumtemperatur-Elektronik zur Flussrückkopplung aufzuheben, wird das SQUID-Signal bei tiefen Temperaturen vorverstärkt. Das relativ kleine Spannungssignal eines einzelnen de-SQUIDs kann durch eine Serienschaltung mehrerer baugleicher SQUIDs deutlich vergrößert werden. Bei gleichem Arbeitspunkt und gleicher Flusseinkopplung von N SQUIDs in Serie addieren sich die Einzelsignale zum N -fachen Ausgangssignal, wobei sich das Rauschen der einzelnen SQUIDs inkohärent addiert. Solche Verstärker-SQUIDs mit 16 SQUIDs in Serie werden im Rahmen dieser Arbeit in einem zweistufigen Aufbau zur rauscharmen Vorverstärkung bei mK-Temperaturen verwendet. Dazu werden parallel zum Detektor-SQUID ein Widerstand R_g und eine Spule geschaltet (siehe Abbildung 4.5). Eine Flussänderung in der SQUID-Schleife verursacht eine Änderung des Spannungsabfalls um δU über dem Detektor-SQUID. Als Folge ändert sich parallel dazu der Stromfluss durch die Spule um $\delta I = \delta U / R_g$. Im Verstärker-SQUID koppelt dadurch der magnetische Fluss $\delta \Phi = M_{i2} \delta I$ mit der Gegeninduktivität M_{i2} zwischen Einkoppelspule und Verstärker-SQUID ein. Der flussabhängige Spannungsabfall über dem Verstärker-SQUID dient als Eingangssignal für den Differenzverstärker der zuvor beschriebenen Raumtemperatur-Elektronik zur Flussrückkopplung.

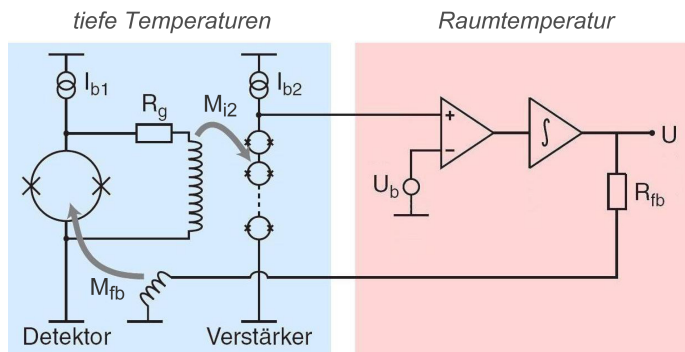


Abbildung 4.5: Zweistufiger SQUID-Aufbau mit rauscharmer Vorverstärkung bei tiefen Temperaturen und Flussrückkopplung.

4.3 maXs30-Detektor

Die Messungen in dieser Arbeit wurden mit einem maXs30-Detektor³ basierend auf dem Prinzip metallischer magnetischer Kalorimeter durchgeführt. Der zweidimensionale Detektor mit 8×8 Pixeln wurde im hauseigenen Reinraum auf einem Si-Wafer mikrostrukturiert [Hen17]. Die erwartete Energieauflösung $E_{\text{FWHM}} < 6$ eV liegt im Bereich der vermuteten Energie $E_{\text{is}} = (7,8 \pm 0,5)$ eV des isomeren Zustands von ^{229}Th

³Microcalorimeter Array for High-Resolution X-Ray Spectroscopy

(siehe Kapitel 2). Eine klare Identifikation des 29,18 keV-Dubletts, dessen Aufspaltung E_{is} entspricht, scheint mit einem solchen hochauflösenden Detektor möglich zu sein [Kaz14]. Die große Detektionsfläche von ungefähr 16 mm^2 sollte zudem eine hohe Statistik der im Vergleich zur Gesamtrate schwachen 29 keV-Linien ermöglichen.

Die Detektorgeometrie entspricht dem gradiometrischen Aufbau aus planaren, mäanderförmigen Spulen mit Absorbern aus Gold auf Stämmen über dem Sensor aus Ag:Er (siehe Abschnitt 3.4). Abbildung 4.6 zeigt ein Foto eines maXs30-Chips. Zu erkennen sind mittig die 64 einzelnen Röntgenabsorber. Zu sehen sind auch die kreisförmigen Abdrücke der drei Stämme durch die jeder Absorber mit dem darunterliegenden Sensor thermisch verbunden ist. Am Rand liegen Niobkontaktflächen um die Detektionsspulen des Detektors mit den Einkoppelspulen der SQUID-Magnetometer über Aluminium-Bonddrähte elektrisch zu kontaktieren sowie die Verbindungen zur Präparation des Dauerstroms.

Nach den Parametern bei der galvanischen Abscheidung der Absorber sollten diese eine Dicke von $18 \mu\text{m}$ haben. Dies entspricht einer Quanteneffizienz von ca. 60 % bei 30 keV. REM⁴-Aufnahmen eines anderen Chips dieses Wafers und der Vergleich der Linienintensitäten der ²⁴¹Am-Kalibrationsquelle lassen auf eine Absorberdicke von 10-15 μm schließen. Der Sensor besteht jeweils aus einer gesputterten Schicht ($3,5 \mu\text{m}$) der paramagnetischen Legierung Ag:Er mit einem Erbiumanteil von 338 ppm (siehe Abschnitt 3.3).

Der Detektorchip besitzt 32 Kanäle mit jeweils zwei gradiometrischen Pixeln. Mit einer Aufteilung in vier Quadranten teilen sich immer 16 der 64 Pixel die Verbindungen zur Präparation des felderzeugenden Dauerstroms. Zudem gibt es einen ausgezeichneten „90 %-Kanal“. Bei diesem Kanal sind die beiden Pixel nicht perfekt symmetrisch aufgebaut: Ein Pixel besitzt einen 10 % kleineren Sensor im Vergleich zu seinem Partnerpixel. Dadurch ist die Anordnung nicht mehr gradiometrisch. Ändert sich

⁴Rasterelektronenmikroskop

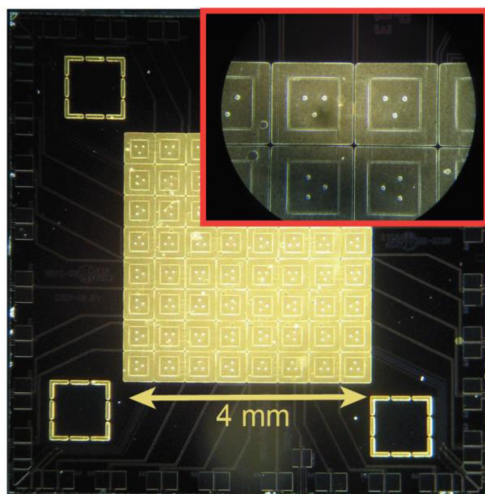


Abbildung 4.6: Foto eines maXs30-Detektorchips mit 8×8 Pixeln. Im vergrößerten Ausschnitt sind einzelne Röntgenabsorber aus Gold zu erkennen.

die Magnetisierung des Sensormaterials durch eine Änderung der Chip-Temperatur, so werden in den beiden Pixeln zur Flusserrhaltung entgegengesetzte Kompensationsströme hervorgerufen. Durch den unterschiedlich großen Sensor heben sich die Ströme nicht wie im gradiometrischen Aufbau auf. Durch den resultierenden Stromfluss wird eine kleine Flussänderung induktiv in das SQUID eingekoppelt und ändert das Ausgangsspannungssignal in Abhängigkeit von der Temperatur des Detektors. Für weitere Informationen über Geometrie, Optimierung, Simulation von Signalgröße und Energieauflösung sowie die Herstellung sei auf [Hen17] verwiesen.

4.4 Kryostat und 32-Kanal-Detektoraufbau

Für den Betrieb von metallischen magnetischen Kalorimetern werden mK-Temperaturen benötigt. Daher wird der Detektor in einem $^3\text{He}/^4\text{He}$ -Verdünnungskryostaten⁵ mit Pulsröhrenvorkühlung betrieben. Die dazu benötigten Kühltechniken sind in [Ens05, Pob07] beschrieben.

4.4.1 Detektoraufbau

Der Detektoraufbau befindet sich am Ende des in Abbildung 4.7 gezeigten Kupferarms, der thermisch an die Mischkammer des Kryostaten angebunden ist. Um den maXs30-Detektorchip sind acht 4-kanalige Detektor-SQUID-Chips angeordnet und über Aluminium-Bonddrähte mit den Detektionsspulen elektrisch verbunden. An den vier Längsseiten des Arms sind für eine zweistufige SQUID-Auslese mit rauscharmer Vorverstärkung je eine Leiterplatte mit vier 2-kanaligen Verstärker-SQUID-Chips angebracht. Hierbei handelt es sich um vier kommerziell erhältliche SQUID-Chips des Typs C6X16FL der PTB⁶ Berlin sowie 12 Chips aus hauseigener Produktion. Die Detektor-SQUID-Chips mit einstufigen dc-SQUIDs sind ebenfalls im hauseigenen Reinraum hergestellt. Detektor- und SQUID-Chips sind mit dem Spulack GE Varnish⁷ auf den kupfernen Experimentierhalter beziehungsweise die Leiterplatten der Verstärker-SQUIDs geklebt. Eine 1 mm dicke Kupferplatte mit einer Öffnung entsprechend der Größe der Detektionsfläche des maXs30-Detektors dient als Kollimator. Sie ist über dem Detektor am Experimentierhalter festgeschraubt und soll die Detektor-SQUID-Chips und das Substrat des Detektorchips vor Strahlung abschirmen. Die Leitungsführung entlang des Kupferarms erfolgt mit Starrflex-Bändern der Firma Würth Elektronik⁸.

⁵BF-LD250, BlueFors Cryogenics Oy Ltd, Helsinki, Finland

⁶Physikalisch-Technische Bundesanstalt

⁷GE 7031 Varnish, Lake Shore Cryotronics, Westerville, USA

⁸Niedernhall, Deutschland

4.4.2 Thermische und magnetische Schilde

Zum Schutz des Detektors vor Wärmestrahlung gibt es drei thermische Schilde. Zwei bestehen aus einem Aluminium- und eines aus einem Kupferrohr. Sie umschließen den Kupferarm und sind jeweils an eine Temperaturstufe des Kryostaten auf etwa 700 mK, 4 K und 50 K angekoppelt, wobei es sich bei dem 50 K-Schild um das Kupferrohr handelt. Das Detektionsprinzip beruht wie in Kapitel 3.1 beschrieben auf kleinen Änderungen des magnetischen Flusses und die SQUIDs und der Detektor müssen daher vor Flussänderungen durch externe Magnetfelder abgeschirmt werden. Zur magnetischen Schirmung umschließt ein Niobrohr Detektor sowie SQUIDs und steht in direktem thermischen Kontakt mit dem Kupferarm. Dadurch befindet sich das Niob unterhalb der Sprungtemperatur von 9,2 K und wird supraleitend. Über den Meißner-Ochsenfeld-Effekt werden so externe Magnetfelder abgeschirmt. Zusätzlich ist das Vakuumrohr des Auslegers auf 300 K zur magnetischen Schirmung aus einer weichmagnetischen Legierung⁹ gefertigt.

Damit die Strahlung externer Quellen den Detektor erreichen kann, gibt es Röntgenfenster in den Strahlungsschilden. Das äußere μ -Metall-Rohr besitzt ein 150 μm dickes Kaptonfenster mit einem Durchmesser von 13 mm. Die Röntgenfenster der drei thermischen Schilde haben einen Durchmesser von 19 mm und bestehen aus einer 6 μm dicken PET-Folie¹⁰, die beidseitig mit Aluminium beschichtet ist. Das Niobschild hat eine kreisförmige Öffnung mit einem Durchmesser von 11,8 mm über dem Detektor. Öffnungsgrößen von Röntgenfenstern zusammen mit deren Abstand zum Detektor müssen bei Messungen mit einer Röntgenlinse (siehe Kapitel 4.5) im Hinblick auf mögliche Abschirmung des Strahlenkonus beachtet werden. Hier stellt

⁹Spezifikation MSL1153-HTA, Magnetic Shields Limited, Staplehurst, UK

¹⁰beidseitig mit Aluminium beschichte mit Schichtwiderstand von $0,7 \Omega/\text{Quadrat}$, Goodfellow GmbH, Bad Nauheim, Deutschland

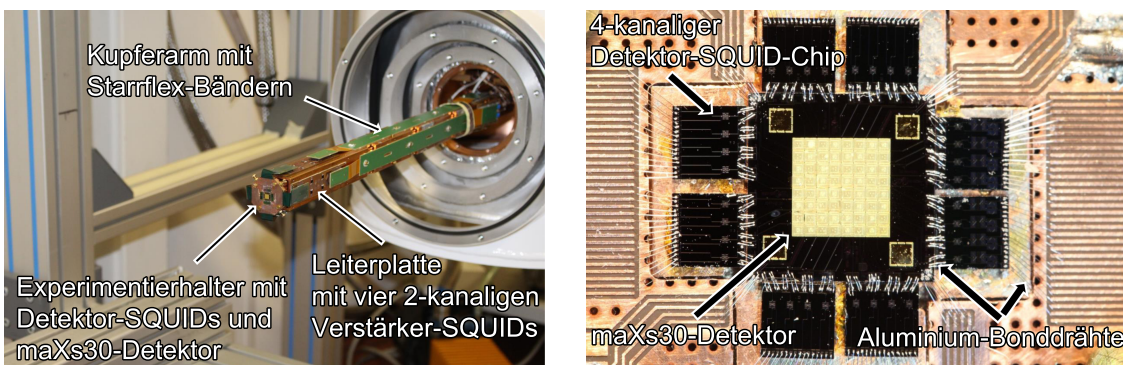


Abbildung 4.7: Kupferner Arm am Kryostaten mit 16 seitlich angebrachten 2-kanaligen Verstärker-SQUID-Chips (links) und stirnseitigem maXs30-Detektorchip mit acht 4-kanaligen Detektor-SQUID-Chips (rechts) zum Betrieb von 32 Kanälen.

der Öffnungswinkel von ungefähr 22° des Kaptonfensters mit einem Abstand von etwa 33 mm zum Detektor die dominante Limitierung für den vom Detektor gesehenen Raumwinkel dar.

4.4.3 Thermometrie

Die Basis-Temperatur auf der Mischkammer-Plattform des Kryostaten beträgt 9,5-10 mK. An diese ist der Kupferarm thermisch angekoppelt. Am Ende des Kupferarms befindet sich ein Widerstandsthermometer aus Rutheniumoxid. Es wird über eine Messbrücke¹¹ und einen Scanner¹² ausgelesen und zeigt eine Basis-Temperatur zwischen 16 mK und 20 mK für den Kupferarm an. Grund für die Fluktuationen sind Temperaturschwankungen der 4 K-Stufe und mechanische Vibrationen des Kupferarms aufgrund der Pulsröhre.

4.4.4 Datenauslese

Zum Auslesen und Linearisieren der zweistufigen SQUID-Kanäle werden SQUID-Elektroniken des Typs XXF-1-6MHz der Firma Magnicon¹³ verwendet. Die Ausgangsspannung der SQUID-Elektroniken wird durch zwei 16-Kanal Analog-Digital-Wandler¹⁴ mit einer Abtastrate von 125 MS/s digitalisiert. Über das Setzen einer Triggerschwelle kann eingestellt werden ab welcher Pulshöhe ein Ereignis verarbeitet wird. Bei ausgelöstem Trigger setzt sich ein aufgenommenes Ereignis aus 16384 Datenpunkten zusammen. Hierbei umfassen die ersten 4094 Datenpunkte einen Zeitbereich direkt vor dem Auslösen des Triggers. Für den 90 %-Kanal (siehe Kapitel 4.3) enthält dieses Vortrigger-Niveau Informationen über die momentane Detektortemperatur unmittelbar vor diesem Ereignis. Durch Überabtastung entspricht ein Datenpunkt dem Mittelwert von 16 nacheinander abgetasteten Spannungswerten. Daraus ergibt sich ein Zeitfenster von $16384 \cdot 16/125 \text{ MS/s} \approx 2,1 \text{ ms}$ für ein Ereignis. Das Spannungsfenster des Analog-Digital-Wandlers umfasst $\pm 2,5 \text{ V}$. Bei einer Regelung der SQUID-Ausgangsspannung auf einen Wert um 0 V steht beiden Polaritäten eines Kanals ein Spannungsbereich von 2,5 V zur Verfügung.

An die einzelnen digitalisierten Spannungssignale erfolgt bereits während der Datenaufnahme eine numerische Anpassung eines Musterpulses im Zeitraum. Dazu wird für jedes Detektorpixel ein Musterpuls, dem die Amplitude eins zugeordnet wird und der eine Mittelung einiger Einzelpulse ist, verschoben und skaliert, so dass das mittlere Abweichungsquadrat χ^2 minimiert wird. Die Ergebnisse der Anpassung (relative

¹¹LakeShore 370 AC, Lake Shore Cryotronics Inc., Westerville, USA

¹²LakeShore 3716, Lake Shore Cryotronics Inc., Westerville, USA

¹³Magnicon GmbH, Hamburg, Deutschland

¹⁴SIS3104, Struck Innovative Systeme, Hamburg, Deutschland

Amplitude zum Musterpuls, χ^2) werden mit weiteren Informationen (Pulsnummer, Vortrigger-Niveau, Fläche unter dem Puls, CPU-Zeitstempel) gespeichert. Anhand der relativen Amplitude kann einem Ereignis nach einer Kalibration eine Energie zugeordnet werden.

Zusätzlich besteht die Möglichkeit, dass neben den Ergebnissen der direkten Anpassung auch die Rohdaten der Einzelereignisse gespeichert werden. Dadurch ist eine nachträgliche genauere Auswertung möglich. So kann die numerische Anpassung mit einem Musterpuls aus einer deutlich größeren Anzahl an Einzelpulsen erfolgen. Zudem ist anhand der Pulsform eine Identifizierung verschiedener Pulsfamilien wie Absorption eines Photons direkt im Sensor oder Pileups möglich. An die Rohdaten eines Einzelereignisses können auch verschiedene Pulsformen angepasst werden, um Informationen über Anzahl und Zeitkonstanten von Anstiegen und Abfällen zu erhalten. Eine Aufnahme von Ruhesignalen für eine Datenauswertung mittels eines optimalen Filters [Fle03] war zum Zeitpunkt der Messungen für 32 Kanäle noch nicht möglich.

4.5 Aufbau mit Röntgenlinse und Strahlenschutzkasten

Im Rahmen dieser Arbeit wurde ein optischer Aufbau für Messungen mit einer Röntgenlinse zusammengestellt. Als Grundlage dient eine optische Schiene auf einem Dreibein zur Höhenvariation mit einer Länge von 92,5 cm auf der verschiedene Bauteile wie Justierlaser, Röntgenlinse oder Strahlungsquellen justiert werden können. Die Schiene kann in einem Strahlenschutzkasten, in dem der Ausleger des Kryostaten mit Detektor integriert ist, aufgebaut werden.

4.5.1 Röntgenlinse aus Lithiumfluorid

Die verwendete Röntgenlinse wurde am Institut für Optik und Quantenelektronik der Friedrich-Schiller-Universität in Jena hergestellt und charakterisiert [Gra16]. Sie besteht aus einem Aluminiumring auf dessen Innenseite bündig 94 Mosaikkristalle (20 mm x 2 mm x 2 mm) aus Lithiumfluorid geklebt sind. Bei einem Mosaikkristall kann man den Aufbau der realen Kristallstruktur mit vielen kleinen, perfekten Kristalliten (Mosaikblöcken), die leicht gegeneinander verkippt, geneigt oder rotiert sind, beschreiben [Dar22]. In Abbildung 4.8 (links) ist ein Foto der Röntgenoptik zu sehen. Über zwei Stellschrauben kann die Linsenebene zum Ausrichten in zwei Freiheitsgraden variiert werden. Zudem besitzt die Linsenhalterung eine Höhenverstellung. Herkömmliche Linsen nutzen die Brechung in einem Medium zur Fokussierung. Das Funktionsprinzip der Röntgenlinse beruht hingegen auf der Röntgenbeugung. Auftreffende Röntgenstrahlung¹⁵ wird an der Elektronenhülle der Atome des Lithium-

¹⁵oder auch γ -Strahlung

fluoridkristalls gebeugt. Durch die periodische Anordnung im Kristall interferieren die gebeugten Wellen unter bestimmten Winkeln konstruktiv miteinander. Es erscheint als ob die Röntgenstrahlung an den Netzebenen des Kristalls reflektiert wird. Mathematisch erfolgt die Beschreibung über die Bragg-Gleichung

$$\lambda = 2d \sin \Theta \quad (4.1)$$

für das Beugungsmaximum erster Ordnung mit der Wellenlänge $\lambda = hc/E$ der einfallenden Röntgenstrahlung mit Photonenenergie E , dem Netzebenenabstand d des Kristalls und dem Braggwinkel Θ . Abhängig von ihrer Energie wird für Photonen aus einer Quelle unter unterschiedlichen Winkeln konstruktive Interferenz erreicht. Durch die Länge der Kristallsegmente von 20 mm in Detektorrichtung und die unterschiedliche Orientierung der Mosaikblöcke des Lithiumfluorids sowie der Ausdehnung der Quelle kommt es zu der Fokussierung eines schmalen Energiebands von einigen hundert Elektronenvolt.

Der Öffnungswinkel der Optik entspricht dem doppelten Braggwinkel. Aus dem Braggwinkel und dem Radius R der Optik ergibt sich durch geometrische Betrachtung der zugehörige benötigte Abstand

$$l = R / \tan \Theta \quad (4.2)$$

von Quelle und Optik (siehe Abbildung 4.8 rechts). Für die verwendete Linse aus Lithiumfluorid mit einem Netzebenenabstand $2d = 0,4027 \text{ nm}$ und einem Radius von $R = 30 \text{ mm}$ folgt aus obigen Gleichungen für eine Photonenenergie von $E = 29 \text{ keV}$ ein benötigter Abstand von $l = 281 \text{ mm}$ zwischen Quelle und Röntgenlinse. Abhängig

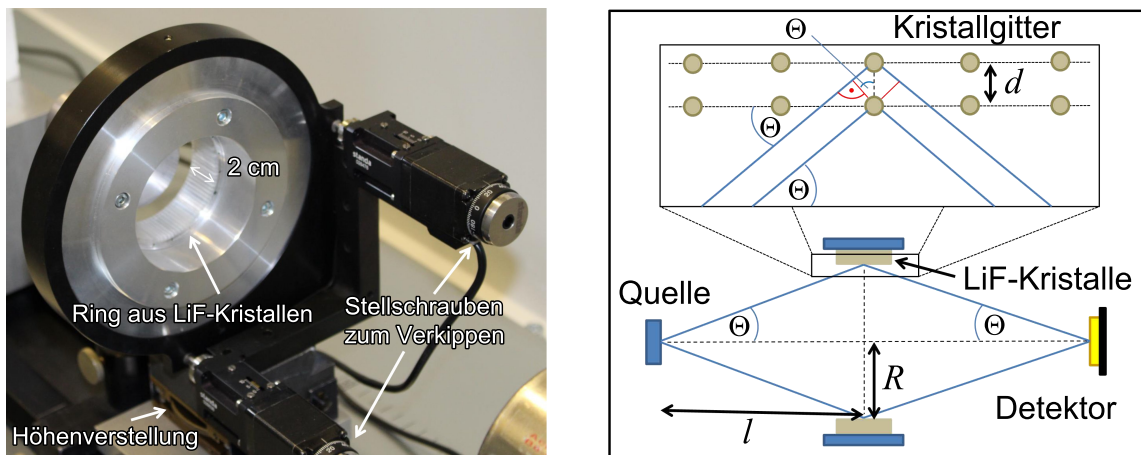


Abbildung 4.8: Röntgenlinse aus einem Ring von LiF-Kristallen mit Halterung zum Ausrichten (links) und Schemazeichnung zum Veranschaulichen des Prinzips der Röntgenlinse (rechts).

von der Detektorposition im Vergleich zur Linse wird ein kreis- oder ein ringförmiger Ausschnitt der Detektorebene bestrahlt. Die Fokussierung einer annähernd punktförmigen Quelle auf die kleinstmögliche Fläche ist bei einem symmetrischen Aufbau mit einem Abstand zwischen Linse und Detektor entsprechend dem zwischen Linse und Quelle gegeben. Bei großflächigen Quellen ist je nach Quellenabstand zur Röntgenlinse das Fokussieren der Strahlung aus einem kreis- oder ringförmigen Bereich der Quelle möglich.

4.5.2 Strahlenschutzkasten mit optischer Schiene

Die optische Schiene kann in einem Strahlenschutzkasten aufgebaut werden. Der Kasten mit den Maßen 120 cm x 80 cm x 60 cm ist auf einem Aluminiumuntergestell montiert und besitzt eine Öffnung durch die der Ausleger des Kryostaten mitsamt Detektor in den Kasten hineinragt (siehe Abbildung 4.9). Der mit einem Schloss gesicherte Kasten schafft eine abgesicherte Experimentierumgebung in Bezug auf Quellensicherheit und unsachgemäßen Einfluss auf den Aufbau. Die Tür besteht aus 2 mm und das Gehäuse aus 1,5 mm dickem Stahlblech. Dadurch wird niederenergetische Röntgenstrahlung (95 % bei 30 keV) abgeschirmt. Für den Betrieb des pyroelektrischen Röntgenerators (siehe Abschnitt 4.1.2) gibt es eine mit Zeitsperre an das Schloss gekoppelte Steckdose.

Mit einem Justierlaser ($\lambda = 532 \text{ nm}$), der in einen Aluminiumblock eingepasst ist, können Quelle, Linse und Detektor auf einer optischen Achse ausgerichtet werden. Zum Ausrichten der Röntgenlinse auf den Strahlengang mittels des Lasers stehen zwei Aluminiumdeckel mit kleinen zentrierten Bohrungen zur Verfügung. Der Aluminiumblock mit Justierlaser kann durch den pyroelektrischen Röntgenerators, der dann ebenfalls auf die optische Achse ausgerichtet ist, ersetzt werden. Ein Blei-

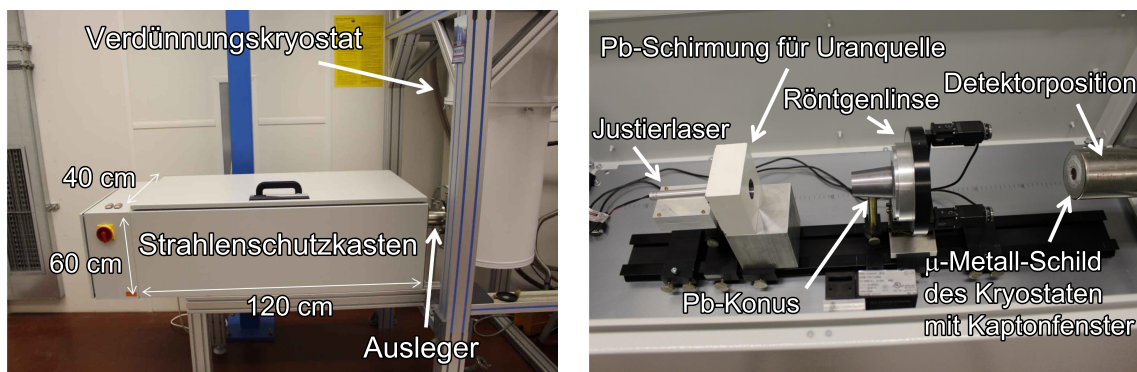


Abbildung 4.9: Strahlenschutzkasten, in den der Ausleger des Kryostaten mit Detektor hineinragt (links). Im Inneren ist die optische Schiene mit Justierlaser, Quellenschirmung, Röntgenlinse und Bleikonus zum Blockieren des direkten Strahlengangs aufgebaut (rechts).

klotz mit eingelassener Vertiefung für die in Abschnitt 4.1.1 beschriebene ^{233}U -Quelle dient als Halterung und Abschirmung. Ein kleines mittiges Loch im Bleiklotz erlaubt bei herausgenommener Quelle mittels des Lasers eine Ausrichtung auf die optische Achse.

Um den direkten Strahlengang von Quelle zu Detektor zu blockieren, kann zusätzlich vor der Linse ein 6 cm langer Kegelstumpf aus Blei mit Durchmessern 3,8 cm und 4,9 cm an den Enden montiert werden. Dadurch erhält die Röntgenlinse ein Bandpassverhalten, bei dem nur ein schmales Energieband über die Linse auf den Detektor gelangt und die restliche Quellenstrahlung abgeschirmt ist. Die Neigung des Kegelstumpfs ist im Bereich des Braggwinkels für Photonen mit einer Energie von 29 keV. Dadurch soll bei Messungen mit der Röntgenlinse bei der Bestimmung der Energie des isomeren Zustands von ^{229}Th (siehe Kapitel 2) das direkte Sichtfeld der Quelle zum Detektor maximal abgeschirmt werden ohne den Akzeptanzbereich der Linse einzuschränken.

5. Experimentelle Ergebnisse

In diesem Kapitel werden Messungen vorgestellt, in denen der Aufbau mit Röntgenlinse mit Hilfe einer ^{241}Am -Kalibrationsquelle getestet wurde. Zudem wird der COOL-X Röntgenerators anhand seines Spektrums charakterisiert. Den Hauptteil macht die Analyse des Spektrums der ^{233}U -Quelle mit den für eine Bestimmung der isomeren Übergangsenergie interessanten Kernübergängen von ^{229}Th aus. Dabei werden die erreichte Energieauflösung und deren Limitierungen diskutiert. Zum Abschluss wird der große Untergrund bei Messungen mit der ^{233}U -Quelle untersucht und eine Möglichkeit diesen deutlich zu reduzieren präsentiert.

5.1 Messungen mit der Röntgenlinse

Die Röntgenlinse, welche in Abschnitt 4.5.1 vorgestellt wurde, kann zur Fokussierung eines schmalen Energiebereichs auf den Detektor verwendet werden. Wird der direkte Strahlengang von Quelle zu Detektor zusätzlich blockiert, ergibt sich daraus ein Bandpassverhalten der Linse. Der in Abschnitt 4.5.2 beschriebene Aufbau aus Röntgenlinse und Bleikonus wurde anhand der ^{241}Am -Kalibrationsquelle getestet. Für Messungen mit der Röntgenlinse muss die Position des Detektors möglichst genau bekannt sein. Aufgrund der materialabhängigen thermischen Kontraktion während des Abkühlens ändert sich die Orientierung der Strahlungsschilde (siehe Abschnitt 4.4.2) zueinander und zum Kupferarm mit Detektoraufbau im Vergleich zur Ausrichtung bei Raumtemperatur. Von den Röntgenfenstern ist allerdings nur das äußerste aus Kapton durchsichtig. Daher wurde eine ^{55}Fe -Quelle, deren Röntgenstrahlung über zwei Kollimatoren aus Blei auf einen engen Strahl eingeschränkt wurde, schrittweise in einer Ebene senkrecht zum Strahlengang rasterförmig in einem Abstand von 2 cm zum äußeren Röntgenfenster des Kryostaten bewegt. Aus der Positionierung der Quelle, bei der die maximale Zählrate gemessen wurde, konnte die Detektorposition bestimmt werden. Dieser Punkt wurde mit dem Justierlaser angepeilt und Quelle, Linse sowie Bleikonus an der so definierten optischen Achse ausgerichtet.

Der Abstand zwischen Quelle und Linse beziehungsweise Linse und Detektor betrug jeweils 25,5 cm, um entsprechend Gleichungen 4.1 und 4.2 die γ -Linie bei 26,3 keV im Spektrum der ^{241}Am -Kalibrationsquelle über die Linse auf den Detektor zu fokussieren. Anhand der beiden Stellschrauben wurde die Neigung der Linse variiert, um die Ausrichtung mit maximaler Zählrate zu finden. Wie in Abbildung 5.1 (links) gezeigt ist, kann so bei Blockieren des direkten Strahlengangs mit dem Bleikonus eine einzel-

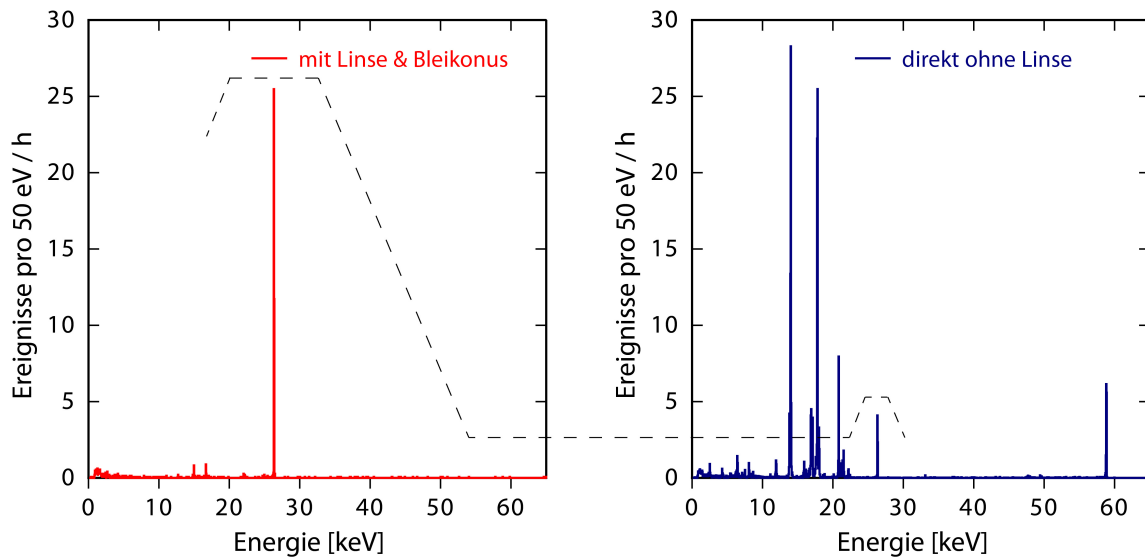


Abbildung 5.1: Auf die Messzeit normiertes Spektrum der ^{241}Am -Kalibrationsquelle bei einem Bandpassverhalten von Röntgenlinse und Bleikonus (links). Zum Vergleich ist das komplette, auf den gleichen Abstand (51 cm) von Quelle zu Detektor skalierte Spektrum, welches direkt ohne Linse und Bleikonus aufgenommen wurde, gezeigt (rechts).

ne Spektrallinie auf den Detektor fokussiert werden. Dieses Bandpassverhalten kann beispielsweise dazu genutzt werden um anteilig mehr Ereignisse einer bestimmten Linie messen zu können, wenn die Gesamrate beziehungsweise Messzeit durch die Totzeit des Detektors beziehungsweise Speicherplatz limitiert ist oder generell eine zu hohe Gesamtrate das Detektorverhalten beispielsweise durch Heizeffekte negativ beeinflusst. Zudem ist eine Reduzierung des Untergrunds durch Sekundärprozesse im Bereich des Detektors, welche durch ausgeblendete Energiebereiche verursacht werden, möglich.

Zum Vergleich ist das ebenfalls auf die Messzeit normierte komplette Spektrum der Quelle bei einer Messung ohne Linse und Bleikonus gezeigt (Abbildung 5.1 rechts). Der Abstand zwischen Quelle und Detektor betrug während der Messung 6 cm. Für den Vergleich wurde das gezeigte Spektrum allerdings auf einen Abstand von 51 cm zwischen Quelle und Detektor, wie es bei der Linsenmessung der Fall war, skaliert. Die Skalierung erfolgte dabei unter der Annahme einer quadratischen Abhängigkeit der Intensität vom reziproken Abstand.

Über die Linse in Verbindung mit dem Bleikonus beträgt die Zählrate der 26,3 keV-Linie 36 Ereignisse/h. Bei einer direkten Messung ohne Linse und Bleikonus bei gleichem Abstand zwischen Quelle und Detektor von 51 cm werden etwa 6 Ereignisse/h erwartet. Die Zählrate bei einem Abstand von 22 cm zwischen Quelle und Detektor ohne Linse und Bleikonus entspricht ungefähr der Zählrate, die über die Linse in Verbindung mit dem Bleikonus bei einem Abstand von 51 cm erreicht wird. Ist ein Mindestabstand zwischen Detektor und Quelle durch geometrische Einschränkungen

oder der Beeinflussung des Detektors durch große äußere magnetische Störfelder vorgegeben, so kann die Zählrate mit der Röntgenlinse erhöht werden. Kann die Quelle allerdings ohne Nachteile nahe am Detektor positioniert werden, so können damit größere Zählraten als über die Linse erzielt werden. Im Fall der 26,3 keV-Linie übersteigt deren Intensität bei einem Abstand von 6 cm zwischen Quelle und Detektor die über die Linse gemessene um einen Faktor 13.

Die Effizienz η_{Linse} einer Röntgenlinse gibt das Verhältnis von fokussierten zu von der Quelle in den gesamten Raumwinkel von 4π emittierten Photonen an. Zum Vergleich mit einer Messung ohne Röntgenlinse kann aus dem durch die Detektorfläche A abgedeckten Raumwinkel eine erwartete, rein geometrische Effizienz $\eta_{\text{Detektor}} = A/4\pi l^2$ des Detektors für den Abstand l zwischen Quelle und Detektor bestimmt werden. Mit der aus [Gra16] für eine Energie von 26 keV entnommenen theoretischen Effizienz der Röntgenlinse und für die verwendete Detektorfläche von $A = 2,5 \text{ mm}^2$ (10 Pixel) in einem Abstand von $l = 51 \text{ cm}$ wird ein Verhältnis von etwa $\eta_{\text{Linse}}/\eta_{\text{Detektor}} = 4 \cdot 10^{-5}/8 \cdot 10^{-7} = 50$ bei einer Messung der 26,3 keV-Linie mit und ohne Linse und Bleikonus erwartet. Gemessen wurde hingegen nur ein Verhältnis von etwa $\eta_{\text{Linse}}/\eta_{\text{Detektor}} = 36/6 = 6$.

Wie in [Gra16] beschrieben spielt die Ausdehnung der Quelle bei der Effizienz der Linse eine Rolle. Im Idealfall kann eine 1:1 Abbildung der Quelle auf den Detektor erreicht werden. Die ^{241}Am -Kalibrationsquelle besitzt einen Durchmesser von etwa 5 mm, was einer aktiven Fläche von $19,6 \text{ mm}^2$ entspricht. Diese übersteigt die für die Messung verwendete Detektionsfläche von $2,5 \text{ mm}^2$, wodurch selbst bei optimaler Ausrichtung Strahlung verloren geht. Außerdem verteilen sich die Pixel auf eine Fläche von 7 mm^2 . Mehr Kanäle waren aufgrund fehlender Verstärker-SQUIDs nicht verfügbar. Zudem ist die Längenausdehnung der Kristallsegmente aus denen die Linse besteht für eine vollständige Projektion der Quelle zu kurz, so dass nur etwa 1/4 der Quellenfläche abgebildet werden kann. Hinzu kommt, dass aufgrund der vielen Freiheitsgrade bei der Anordnung von Quelle, Detektor und Linse zueinander, die optimale Ausrichtung des Aufbaus möglicherweise nicht gefunden wurde. All dies trägt zu dem beobachteten Unterschied zwischen erwartetem und gemessenem Verhältnis der Effizienzen von Linse und Detektor bei.

Aus der Anordnung, welche das Fokussieren der 26,3 keV-Linie auf den Detektor ermöglichte, wurde versucht den Bereich des 29,18 keV-Dubletts von ^{229}Th aus dem Spektrum der ^{233}U -Quelle von der hohen Gesamtrate getrennt auf den Detektor zu fokussieren. Dazu wurde entsprechend Gleichungen 4.1 und 4.2 der Abstand von Quelle und Linse sowie zwischen Linse und Detektor auf 28,3 cm erhöht. Über diese Einstellung konnte jedoch keine Fokussierung von Strahlung auf den Detektor festgestellt werden, da die durch den Laser definierte optische Achse und die Schiene, auf der Linse und Quelle bewegt wurden, nicht ausreichend parallel zueinander verlie-

fen. Da für die Ausrichtung des Aufbaus viele Einzelmessungen mit aussagekräftiger Statistik notwendig sind, ist ein direktes Ausrichten mit der ^{233}U -Quelle aufgrund der geringen Intensität des 29,18 keV-Dubletts nur schwer möglich. Um den Linsenaufbau präzise auf eine Energie um das 29,18 keV-Dublett zu justieren, ist daher eine ausreichend starke Quelle mit Photonen im Bereich dieser Energie notwendig. Eine solche Strahlungsquelle wird im folgenden Abschnitt untersucht.

Eine neue Röntgenlinse, welche für eine Energie um 30 keV optimiert ist, ist in Planung. Bestehen wird sie vermutlich ebenfalls aus Lithiumfluorid, falls möglich allerdings in Form eines gebogenen statt segmentierten Rings, um Abbildungsfehler durch die Segmentierung [Gra16] zu vermeiden.

5.2 Spektrum des COOL-X Röntngengenerators

Aufgrund der geringen Intensität des 29,18 keV-Dubletts von ^{229}Th ist eine Quelle mit hoher Rate im Bereich von 29 keV zur Ausrichtung des Linsenaufbaus wünschenswert. Als neue Strahlungsquelle, die dieses Kriterium eventuell erfüllt, steht der COOL-X Röntngengenerator zur Verfügung, dessen Funktionsweise in Abschnitt 4.1.2 erklärt wurde. Vom Hersteller wird der Endpunkt des im Röntngengenerator erzeugten Bremsstrahlungsspektrums mit bis zu 35 keV angegeben.

Das Spektrum des Röntngengenerators, welches in Abbildung 5.2 gezeigt ist, wurde bei einem Abstand von 56,5 cm zum Detektor, was dem benötigten Abstand bei einer Fokussierung von 29,18 keV-Photonen über die Röntgenlinse entspricht, für eine Dauer von 7 h aufgenommen. Es setzt sich aus den Messdaten von 22 einzelnen Pi-

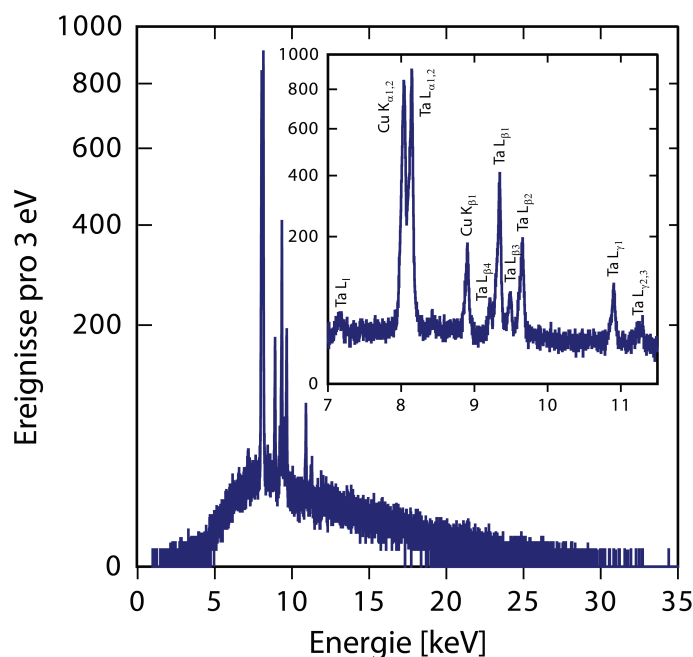


Abbildung 5.2: Gemessenes Spektrum des COOL-X Röntngengenerators. Beobachtet wird ein kontinuierliches Bremsstrahlungsspektrum mit charakteristischen Röntgenlinien, welche zusätzlich in einem vergrößerten Ausschnitt dargestellt sind. Man beachte die Wurzelskalierung der Ordinate.

xeln zusammen und wurde temperatur- und anhand der $L_{\alpha 1}$ - und $L_{\beta 1}$ -Linie von Ta nichtlinearitätskorrigiert (vgl. Abschnitt 5.3.1 und 5.3.2).

Das kontinuierliche Bremsstrahlungsspektrum setzt bei ungefähr 3 keV ein. Die Zählrate zu kleinen Energien hin ist durch die Röntgenfenster von Kryostat und Röntgeneratore beschränkt. Das 150 μm dicke Kaptonfenster des äußersten Schildes hat für Photonen mit einer Energie von 3 keV eine Absorptionswahrscheinlichkeit von 92 %. Für das Strahlungsfenster des Röntgenerators aus 250 μm Beryllium beträgt sie 62 %. Zudem nimmt auch die Absorption im Material, in dem die Bremsstrahlung erzeugt wird, mit kleiner werdender Energie zu. Über 25 keV werden kaum noch Ereignisse registriert. Zudem werden die charakteristischen Röntgenübergängen $K_{\alpha 1,2}$ und $K_{\beta 1}$ von Cu beobachtet. Von Ta, welches Teil des pyroelektrischen Kristalls ist, können zehn im Spektrum teils überlagerte Übergänge der L-Serie (L_1 , $L_{\alpha 1,2}$, $L_{\beta 1,2,3,4}$ und $L_{\gamma 1,2,3}$) identifiziert werden.

Aufgrund der zu geringen gemessenen Endpunktsenergie des Bremsstrahlungsspektrums eignet sich der Röntgeneratore nicht dazu den Linsenaufbau auf eine Energie von 29,18 keV zu justieren, um damit das 29,18 keV-Dublett von ^{229}Th über die Röntgenlinse mit der ^{233}U -Quelle zu messen.

Bedenkt man den relativ großen Abstand von Generator und Quelle bei dieser Messung, der für eine Punktquelle als reziprokes Quadrat in die Intensität eingeht, so ist der Röntgeneratore eine kompakte, mobile Strahlungsquelle mit bekannten Röntgenlinien ausreichender Intensität. Zudem kann im Gegensatz zu einer radioaktiven Quelle der Röntgeneratore ein- und ausgeschaltet werden. Dadurch fällt eine mögliche Strahlenbelastung während Lagerung, Transport oder Justierung weg. Integriert in einen Aufbau, der bei jedem Öffnen und Schließen aufwendig evakuiert werden müsste oder der schwer zugänglich ist wie beispielsweise ein Speicherring während des Strahlbetriebs, könnte der Röntgeneratore als Kalibrationsquelle dienen, die zu definierten Zeiten eingeschaltet werden kann und somit andere Messungen nicht beeinflusst oder überlagert.

5.3 Spektroskopie von ^{229}Th

Das Auflösen des 29,18 keV-Dubletts von ^{229}Th , welches aus dem α -Zerfall von ^{233}U entsteht, ist ein möglicher Weg zur Bestimmung dessen Isomerenergie. Dazu wurde das Spektrum der ^{233}U -Quelle erstmals ausführlich mit einem metallischen magnetischen Kalorimeter untersucht. Zusätzlich war eine ^{241}Am -Kalibrationsquelle auf der Bleiabschirmung der Uranquelle angebracht.

Die aufgenommenen Rohdaten jedes einzelnen Pixels wurden nachträglich mit einer numerischen Anpassung eines Musterpulses aus einigen hundert Einzelpulsen gleicher Energie an die einzelnen Ereignisse im Zeitraum ausgewertet (siehe Abschnitt

4.4.4). Über die Abweichung der Pulsform jedes Einzelpulses vom Musterpuls charakterisiert durch das mittlere Abweichungsquadrat χ^2 wurden Ereignisse wie nach einer Absorption im Sensormaterial, Pileups oder ein Abschneiden bei Verlassen des Spannungsbereichs des Analog-Digital-Wandlers aussortiert.

Die Temperaturkorrektur anhand der dominanten $L_{\beta 1}$ -Linie von Th zum Ausgleich der schwankenden Detektortemperatur über den temperaturempfindlichen Kanal und die Korrektur der Nichtlinearität zusammen mit der Energiekalibrierung anhand von drei starken Röntgenlinien von Th und zwei Kernübergängen von ^{237}Np werden in den beiden folgenden Abschnitten erklärt. Ein Auftragen der so korrigierten Energie als Häufigkeitsverteilung liefert das in Abschnitt 5.3.3 gezeigte Spektrum, welches sich aus den aufaddierten Einzelspektren von 22 Pixeln zusammensetzt. Unterhalb von 10,5 keV werden durch die gesetzten Triggerschwellen der Kanäle keine Ereignisse registriert. Das Spannungsfenster von 2,5 V des Analog-Digital-Wandlers stellt eine Limitierung für die maximale Pulshöhe dar. Gemessen wurde mit einem Rückkoppelwiderstand $R_{\text{fb}} = 100 \text{ k}\Omega$, so dass mit der Kopplung von $39 \mu\text{A}/\Phi_0$ zwischen Einkoppelpule und SQUID nur Photonen gemessen werden können, deren erzeugte Flussänderung etwa $0,64 \Phi_0$ nicht übersteigt. Über 115 keV werden daher keine Ereignisse mehr beobachtet. Zudem nimmt die Quanteneffizienz der Absorber des für Energien bis 30 keV optimierten maXs30-Detektors mit zunehmender Photonenenergie stark ab. Für eine Energie von 100 keV beträgt sie nur noch etwa 15 %.

5.3.1 Temperaturkorrektur

Temperaturschwankungen des Kupferarms (siehe Abschnitt 4.4.3), an den der Experimentierhalter mit Detektoraufbau thermisch angekoppelt ist, haben eine wechselnde Arbeitstemperatur des Detektors zur Folge. Mit der Temperatur ändern sich die thermodynamischen Eigenschaften des Detektors wie zum Beispiel dessen Gesamtwärmekapazität. Dies führt zu einer systematischen Variation der Signalhöhe mit der Temperatur bei gleichem Energieeintrag (vgl. Gleichung 3.3). Dies würde zu einer Verschlechterung der instrumentellen Linienbreite des Detektors führen, kann aber durch eine Temperaturkorrektur behoben werden.

Um eine Temperaturkorrektur durchführen zu können, benötigt man für jedes Ereignis Informationen über die momentane Detektortemperatur. Für den nicht perfekt gradiometrischen 90 %-Kanal (siehe Kapitel 4.3) des maXs30-Detektors enthält das Vortigger-Niveau (siehe Abschnitt 4.4.4), bestimmt durch ein Mitteln der Spannungswerte vor Auslösen des Triggers, als momentanes Magnetisierungssignal des Detektors relative Informationen über die Detektortemperatur. Über ein Korrelieren von Vortigger-Niveau und Amplitude eines Ereignisses kann somit eine Temperaturkorrektur erfolgen.

In Abbildung 5.3 (links) ist beispielhaft die relative Amplitude als Funktion des

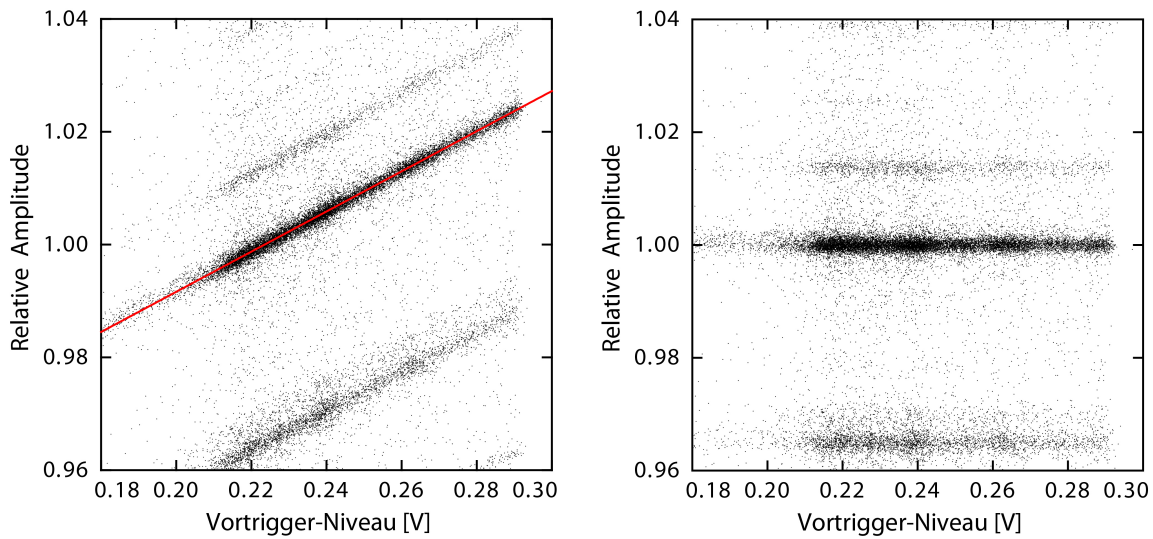


Abbildung 5.3: Relative Amplitude als Funktion des Vortrigger-Niveaus des temperatursensitiven Pixels (links). Über eine lineare Anpassung (durchgezogene rote Linie) können die Signal-Amplituden auf die Durchschnittstemperatur des Detektors korrigiert werden (rechts).

Vortrigger-Niveaus für ein Pixel eines temperatursensitiven Kanals aufgetragen. Zu erkennen ist ein Amplituden-Ausschnitt um die L_{β_1} -Linie von Thorium, welche zum Erstellen des Musterpulses diente und deren Ereignissen dementsprechend relative Amplituden im Bereich von 1 zugeordnet werden. Es ist ein klarer Zusammenhang zwischen Vortrigger-Niveau und relativer Amplitude ersichtlich. An die Datenpunkte der L_{β_1} -Linie wurde eine lineare Anpassung (durchgezogene rote Linie) durchgeführt. Über die erhaltene Geradengleichung können alle Signal-Amplituden anhand ihres Vortrigger-Niveaus auf die Durchschnittstemperatur korrigiert werden (siehe Abbildung 5.3 rechts).

Die in Abbildung 5.3 gezeigten Daten stammen nicht von einem Pixel des 90%-Kanals, sondern von einem Kanal, der zufällig kein gradiometrisches Verhalten zeigt. Der 90%-Kanal stand wegen fehlender Verbindung zum Detektor-SQUID, vermutlich durch eine gebrochene Bonddrahtverbindung, nicht zur Verfügung. Die Responsivitäten der beiden Pixel des Ersatzkanals unterscheiden sich um 15%¹.

Die restlichen gradiometrisch aufgebauten Kanäle zeigen keine signifikant messbare Variation des Vortrigger-Niveaus mit der Temperatur. Um auch für Ereignisse in diesen Kanälen eine Information über die Detektortemperatur zu erhalten, wird der temperatursensitive Kanal bei jedem Ereignis mit aufgezeichnet. Diese Temperaturinformation wird mit den Ergebnissen der direkten numerischen Anpassung

¹Die wahrscheinlichsten Gründe für das temperatursensitive Verhalten dieses Kanals sind eine zufällig andere Sensorgröße bei einem der Pixel oder ein asymmetrisch in den beiden Detektionsspulen eingefrorener felderzeugender Dauerstrom.

und den Rohdaten eines Ereignisses gespeichert. Ein Auftragen der relativen Amplitude gegen das Ausgangssignal des mitgetriggerten temperaturempfindlichen Kanals zeigt somit ebenfalls einen linearen Zusammenhang und wird wie eben gezeigt zur Temperaturkorrektur verwendet. Der temperaturempfindliche Kanal gibt Aufschluss über die Temperatur am Ort seiner beiden Pixel. Für die Fertigung von zukünftigen maXs30-Detektoren sind asymmetrische Kanäle in allen vier Ecken des Detektor-Arrays vorgesehen, um den möglichen Einfluss von Temperaturgradienten über den Detektor-Chip zu untersuchen und korrigieren zu können.

5.3.2 Nichtlinearität des Detektors

Bei idealem Verhalten eines Detektors nimmt die Signalgröße linear mit der im Detektor deponierten Energie zu. Für ein metallisches magnetisches Kalorimeter ist in erster Näherung eine im Detektor-SQUID erzeugte Flussänderung $\delta\Phi_S$ proportional zur Energie E des absorbierten Photons (vgl. Gleichungen 3.3 und 3.4). Durch die Absorption eines Photons nimmt allerdings die Temperatur des Detektors zu. Dadurch ändert sich dessen Gesamtwärmekapazität C_{tot} und reduziert sich die Temperaturabhängigkeit $\partial M/\partial T$ der Sensormagnetisierung. Das im Detektor-SQUID hervorgerufene Flusssignal fällt daher kleiner aus als bei einem linearen Verhalten erwartet, umso mehr je größer die absorbierte Energie.

Um die Nichtlinearität des Detektors zu quantifizieren, ist in Abbildung 5.4 (links)

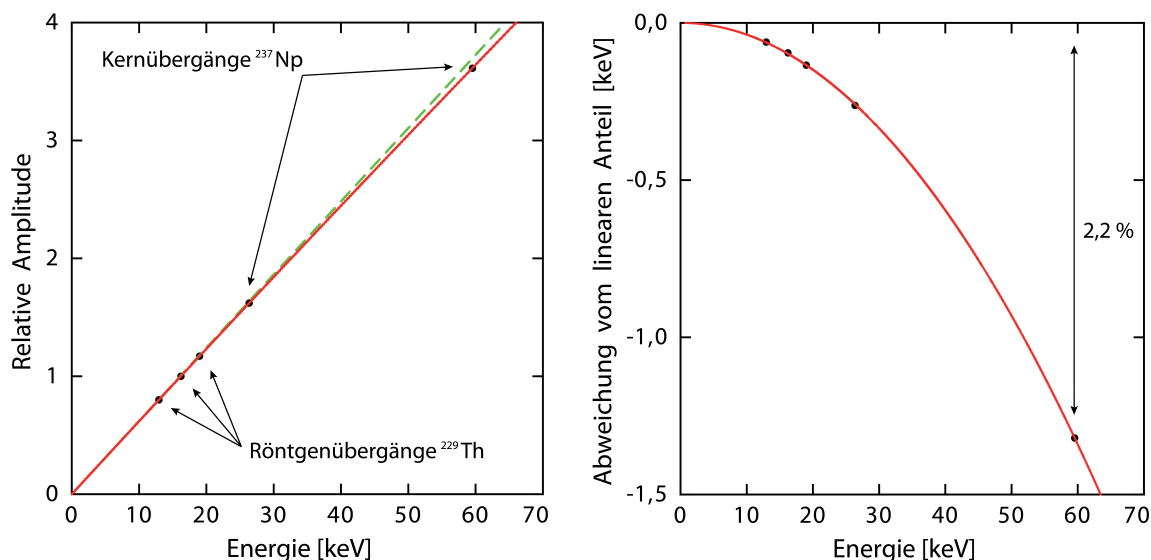


Abbildung 5.4: Gemessene relative Amplitude von fünf Übergängen mit bekannter Energie. Die rote durchgezogene Linie ist eine quadratische Anpassung durch den Ursprung, deren linearer Anteil als gestrichelte grüne Linie gekennzeichnet ist (links). Abweichung von diesem rein linearen Verhalten (rechts).

beispielhaft für ein Pixel für fünf Linien die bekannte Photonenenergie gegen die gemessene relative Amplitude aufgetragen. Als Referenz wurden die drei stärksten Röntgenlinien $L_{\alpha 1}$, $L_{\beta 1}$ und $L_{\gamma 1}$ von Th [Des03] sowie zwei γ -Linien bei 26,3 keV und 59,5 keV von ^{237}Np [Bé10] verwendet. Die Werte für die jeweilige relative Amplitude ergeben sich aus der Linienmitte, bestimmt durch das Anpassen einer Gaußverteilung, bei Auftragen der relativen Amplituden der Einzelpulse als Häufigkeitsverteilung. An die Datenpunkte wurde eine quadratische Anpassung durch den Ursprung durchgeführt (rote durchgezogene Linie). Die Abweichung von einem reinen linearen Verhalten ist durch Subtraktion des linearen Anteils (grüne gestrichelte Linie) in Abbildung 5.4 (rechts) veranschaulicht. Für eine Photonenenergie von 59,5 keV beträgt die Abweichung zu einem perfekt linearen Detektorverhalten nur 2,2%. Die einzelnen Pixel weisen eine sehr ähnliche Nichtlinearität mit Abweichungen zwischen 2,2 und 2,4% bei 59,5 keV auf. Daher ist es zum Beispiel möglich für eine schnelle Auswertung auch ohne Korrektur der Nichtlinearität die Spektren der einzelnen Pixel zu addieren und erste Aussagen über eine laufende Messung machen zu können. Die quadratischen Anpassungen für die einzelnen Pixel liefern jeweils eine Beziehung zwischen gemessener relativer Amplitude und im Absorber deponierter Energie. Mit dieser wurden für die im Folgenden gezeigten Daten eine Energiekalibrierung der Messdaten mit Korrektur der Nichtlinearität durchgeführt.

5.3.3 Spektrum

Die Abbildungen 5.5 und 5.6 zeigen ein Spektrum der ^{233}U -Quelle mit zusätzlicher ^{241}Am -Kalibrationsquelle, welches eine Addition der einzelnen Spektren von 22 Pixeln ist und bei einem Abstand von 25 cm zum Detektor für eine Dauer von 10,7 Tage aufgenommen wurde. An die einzelnen Spektrallinien wurde jeweils numerisch zur Bestimmung der Linienmitte eine Gaußverteilung angepasst. Aufgrund der beobachteten Linienform und Energieauflösung (siehe Abschnitt 5.4) wurde die in den meisten Fällen ohnehin kleine natürliche Linienbreite bei der Bestimmung der Linienmitte vernachlässigt. Die 60 identifizierten Linien sind mit ihrer so gemessenen Energie und einem zugehörigen Literaturwert am Ende dieses Abschnitts in Tabelle 5.1 zusammengefasst. Die Messergebnisse zeigen im Vergleich zum Literaturwert keine signifikanten Abweichungen.

In der ^{241}Am -Kalibrationsquelle entsteht durch Emission eines α -Teilchens das Isotop ^{237}Np . Ein Großteil der freigewordenen Zerfallsenergie geht in kinetische Energie des α -Teilchens über. Ein Teil der Zerfallsenergie geht jedoch in eine Anregung des ^{237}Np -Tochterkerns. Beim Übergang des Tochterkerns in den Grundzustand wird die Energiedifferenz zwischen den Kernniveaus als charakteristische γ -Strahlung emittiert. Die zwei gemessenen γ -Linien von ^{237}Np wurden bei der Korrektur der Nichtlinearität und der Kalibrierung verwendet. Zudem verändert sich durch die kleinere

Kernladung die Anordnung der Elektronen in der Hülle. Dementsprechend wurden 11 L-Linien aus dem Fluoreszenzspektrum von Np beobachtet, bei denen ein Elektron aus einer energetisch höher gelegenen Schale in die L-Schale übergeht und dabei ein charakteristisches Röntgenquant emittiert. Ein griechischer Index gibt an, ob das Elektron aus der nächsthöheren (α), übernächsten (β) usw. Schale kommt. Ein zusätzlicher numerischer Index benennt die verschiedenen Übergänge, die sich aus der Feinstrukturaufspaltung der Energieniveaus der beteiligten Schalen ergeben.

In der ^{233}U -Quelle entsteht durch α -Zerfall das zu untersuchende Isotop ^{229}Th . Analog zu Np ($Z = 93$) konnten 13 charakteristische Röntgenlinien aus der L-Serie

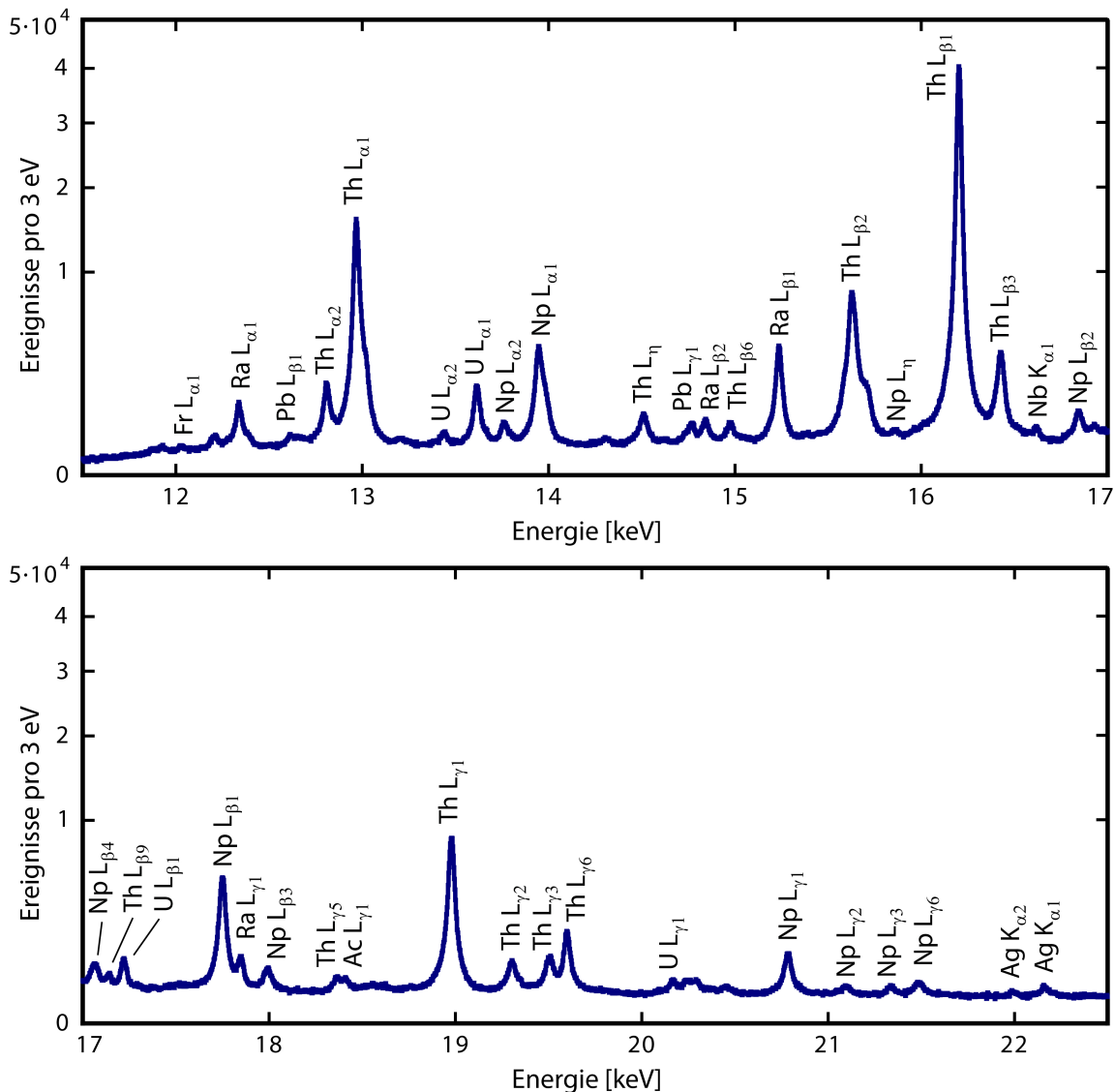


Abbildung 5.5: Ausschnitt des Spektrums mit dominanten Röntgenübergängen von Th und Np. Zur besseren Darstellung von schwächeren Linien besitzt die Ordinate eine Wurzelskalierung.

von Th ($Z = 90$) beobachtet werden. Diese sind im Vergleich zu Np zu kleineren Energien hin verschoben, da die Energieniveaus der Schalen mit der Kernladungszahl Z^2 skalieren. Zusätzlich wurden vier L-Übergänge von Uran beobachtet, die auf Röntgenfluoreszenz des Quellenmaterials zurückzuführen sind. Zudem wurden vier γ -Linien von ^{229}Th gemessen. Darunter ist auch die relevante Linie bei 29,18 keV, die eigentlich ein Dublett ist, dessen Auflösung eine Bestimmung der Energie des isomeren Kernzustands von ^{229}Th ermöglichen würde, und deren Analyse in Abschnitt 5.3.4 folgt.

Neben dem gewünschten Isotop ^{233}U befinden sich in der Quelle noch weitere Uranisotope (siehe Abschnitt 4.1.1), von denen jedoch nur ^{232}U aufgrund der geringen Halbwertszeit von 68,9 a anhand seiner Zerfallsprodukte im Spektrum beobachtet werden konnte. Die Zerfallsketten beider Isotope sind in Abbildung 5.7 gezeigt. Daraus sind zusätzlich Röntgenlinien folgender Atome beobachtet worden: Ra, Ac, Fr, Bi und Pb. Die etwas größeren Abweichungen der K-Übergänge von Ra, Pb und Bi zum Literaturwert lassen sich durch deren kleine Statistik und größere natürliche Linienbreite erklären. Die Röntgenlinien liefert einen Hinweis auf das jeweilige Element. Im Gegensatz dazu können die zusätzlich beobachteten Kernübergänge eindeutig den Isotopen ^{228}Th , ^{225}Ac , ^{224}Ra und ^{208}Tl in der jeweiligen Zerfallskette zugeordnet werden. Die Abweichung zum Literaturwert 57,752(13) keV [Bé10] für die bei 57,771 keV gemessene $\gamma_{1,0}$ -Linie von ^{228}Th lässt sich durch dessen Unsicherheit und die schwache Statistik der Linie erklären.

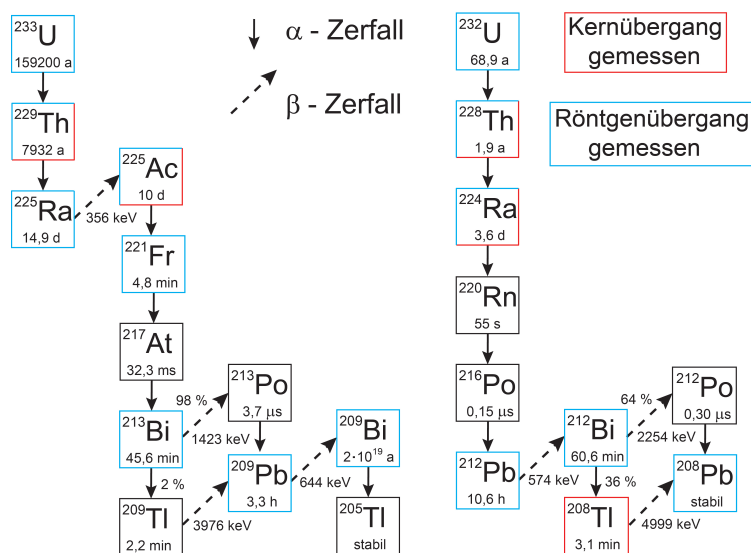


Abbildung 5.7: Zerfallsketten der Isotope ^{233}U und ^{232}U . Beobachtete Kernübergänge lassen sich eindeutig den jeweiligen Isotopen zuordnen. Röntgenübergänge liefern hingegen nur einen Hinweis auf das Element. Die angegebenen Halbwertszeiten sind aus [Tul11,dM03] entnommen. Q -Werte der β -Zerfälle sowie Verzweungsverhältnisse stammen aus [Bé04, Bé11, Bé13].

Bezeichnung		Energie [keV]		Bezeichnung		Energie [keV]	
		Messung	[Des03]			Messung	[Des03]
Th	$L_{\alpha 2}$	12,810	12,809	Ra	$L_{\alpha 1}$	12,338	12,338
	$L_{\alpha 1}$	12,969	12,967		$L_{\beta 2}$	14,841	14,843
	L_{η}	14,510	14,509		$L_{\beta 1}$	15,236	15,234
	$L_{\beta 6}$	14,975	14,972		$L_{\gamma 1}$	17,846	17,848
	$L_{\beta 2}$	15,629	15,624		$K_{\alpha 2}$	85,446	85,435
	$L_{\beta 1}$	16,202	16,200		$K_{\alpha 1}$	88,491	88,473
	$L_{\beta 3}$	16,426	16,425		Ac	$L_{\gamma 1}$	18,406
	$L_{\beta 9}$	17,140	17,138	Fr	$L_{\alpha 1}$	12,031	12,030
	$L_{\gamma 5}$	18,367	18,363	Bi	$K_{\alpha 2}$	74,825	74,817
	$L_{\gamma 1}$	18,979	18,978		$K_{\alpha 1}$	77,113	77,109
	$L_{\gamma 2}$	19,305	19,305		$K_{\beta 3}$	86,854	86,831
	$L_{\gamma 3}$	19,506	19,504		$K_{\beta 1}$	87,359	87,351
	$L_{\gamma 6}$	19,599	19,599 ^a		$K_{\beta 2}^{\#}$	89,749	89,724
					$K_{\beta 2}^I$	89,868	89,849
Np	$L_{\alpha 2}$	13,763	13,757	Pb	$L_{\beta 1}$	12,618	12,613
	$L_{\alpha 1}$	13,948	13,943		$L_{\gamma 1}$	14,768	14,764
	L_{η}	15,858	15,861		$K_{\alpha 2}$	72,818	72,807
	$L_{\beta 2}$	16,845	16,840		$K_{\alpha 1}$	74,968	74,970
	$L_{\beta 4}$	17,064	17,060		$K_{\beta 1}$	84,952	84,940
	$L_{\beta 1}$	17,750	17,747	γ -Linien			
	$L_{\beta 3}$	17,991	17,991	^{237}Np	$\gamma_{2,1}$	26,344	26,345 ^b
	$L_{\gamma 1}$	20,784	20,785		$\gamma_{2,0}$	59,541	59,541 ^b
	$L_{\gamma 2}$	21,095	21,100	^{229}Th	$\gamma_{2,1}$	29,182	29,186 ^c
	$L_{\gamma 3}$	21,338	21,341		$\gamma_{3,0}$	42,432	42,435 ^c
	$L_{\gamma 6}$	21,486	21,488 ^a		$\gamma_{4,2}$	42,629	42,633 ^c
U	$L_{\alpha 2}$	13,439	13,438		$\gamma_{5,3}$	54,700	54,704 ^d
	$L_{\alpha 1}$	13,616	13,615	^{228}Th	$\gamma_{1,0}$	57,771	57,752 ^e
	$L_{\beta 1}$	17,220	17,219	^{225}Ac	$\gamma_{1,0}$	40,093	40,09 ^b
	$L_{\gamma 1}$	20,168	20,167	^{224}Ra	$\gamma_{1,0}$	84,382	84,373 ^f
Ag	$K_{\alpha 2}$	21,994	21,991	^{208}Tl	$\gamma_{1,0}$	39,856	39,858 ^g
	$K_{\alpha 1}$	22,163	22,163				
Nb	$K_{\alpha 1}$	16,615	16,616				

^a [Bea67] ^b [Bé10] ^c [Bec07] ^d [Hel94] ^e [Bé08] ^f [Bé13] ^g [Bé04]

Tabelle 5.1: Gemessene Röntgen- und Kernübergänge aufgeteilt nach Elementen und Isotopen im Vergleich zu Literaturwerten. Die Indizes bei γ -Linien geben die beteiligten Kernniveaus aufsteigend von Grundzustand = 0, erster angeregter Zustand = 1 usw. an.

Außerdem wurden K-Übergänge von Ag und Nb beobachtet. Das Sensormaterial Ag:Er (siehe Abschnitt 3.3) des Detektors stellt das einzig bekannte Silber im Umfeld des Detektors dar. Hochenergetische Photonen aus der Quelle können den Absorber durchdringen und den darunterliegenden Sensor zur Röntgenfluoreszenz anregen. Denkbar wäre eine Absorption von dabei emittierten Photonen in einem Nachbarkanal. Der beobachtete Übergang von Nb erklärt sich durch Röntgenfluoreszenz im Niobschild des Aufbaus (siehe Abschnitt 4.4.2). Da der Quellenhalter aus Pb besteht, ist auch hier ein Beitrag durch Röntgenfluoreszenz zu den beobachteten Linien von Pb möglich.

Einige im Spektrum beobachtete Linien konnten nicht eindeutig oder gar nicht zugeordnet werden. Für schwache Linien bei 11,93 keV, 13,20 keV, 16,93 keV, 20,45 keV, 31,60 keV und 32,00 keV konnte die Ursache nicht ermittelt werden. Eine Linie bei 12,210 keV konnte nicht eindeutig zugeordnet werden. Als Ursache kommen die Übergänge Ra $L_{\alpha 2}$ (12,196 keV) und Tl $L_{\beta 1}$ (12,213 keV) in Frage. Der beobachteten Linie bei 14,31 keV könnten die Übergänge Tl $L_{\gamma 1}$ (14,293 keV) und Rn $L_{\beta 1}$ (14,316 keV) zugrunde liegen. Bei der $L_{\alpha 1}$ - und $L_{\beta 2}$ -Linie von Th wurde jeweils eine hochenergetische Schulter bei 13,01 keV beziehungsweise 15,70 keV beobachtet, die nicht zugeordnet werden konnte. Eventuell handelt es sich hierbei um nicht identifizierte Übergänge oder Satellitenlinien durch gleichzeitige Anregung mehrerer Elektronen eines Atoms. Erwartet werden in diesen Energie-Bereichen die Übergänge Bi $L_{\beta 1}$ (13,023 keV), Th $L_{\beta 4}$ (15,641 keV), Ac $L_{\beta 1}$ (15,711 keV) und Po $L_{\gamma 1}$ (15,743 keV). Die angegebenen Energien für die erwarteten Röntgenübergänge stammen aus [Des03].

5.3.4 29,18 keV-Dublett und isomerer Kernzustand von ^{229}Th

Das Auflösen des 29,18 keV-Dubletts bestehend aus dem Zerfall in den Grund- und den ersten angeregten isomeren Zustand von ^{229}Th ist, wie in Kapitel 2 beschrieben, ein vielversprechender Weg die Übergangsenergie zwischen den beiden Zuständen ohne zusätzliche theoretische Parameter zu bestimmen und den momentan verlässlichsten Energiewert von $(7,8 \pm 0,5)$ eV zu überprüfen und zu verbessern.

Der direkte Übergang in den Grundzustand wird im Vergleich zum Übergang in den isomeren Zustand mit einer Wahrscheinlichkeit von 7,7 % erwartet. Bei hinreichend guter Energieauflösung sollte daher eine hochenergetische Schulter oder zusätzliche Linie oberhalb der $\gamma_{2,1}$ -Linie bei 29,18 keV beobachtet werden. In Abbildung 5.8 ist die bei 29,182 keV im Spektrum (siehe Abbildung 5.6) beobachtete Linie gezeigt, an die unter Vernachlässigung der sehr kleinen natürlichen Linienbreite von γ -Linien eine Gaußverteilung angepasst wurde. Der Untergrund wurde mit einem zusätzlichen konstanten Beitrag berücksichtigt. Es wird eine instrumentelle Linienverbreiterung $\Delta E_{\text{FWHM}} = 33$ eV beobachtet. Mit dieser Auflösung kann eine Doppelstruktur mit einer erwarteten Aufspaltung unter 10 eV nicht gemessen werden. Zudem muss sich

die schwache Linie aus einem sehr großen Untergrund abheben. Hierbei lässt sich schön beobachten wie über die Addition der Spektren der einzelnen Pixeln auch eine schwache Linie vom Untergrund getrennt gemessen werden kann. Die geringe Intensität des 29,18 keV-Dubletts wird auch daran deutlich, dass von den über 4 Millionen Ereignissen des Spektrums nur etwa 2000 die Linie in Abbildung 5.8 ausmachen. Der bisher gemessene Wert von $(7,8 \pm 0,5)$ eV für die Isomerenergie wurde wie anhand von Abbildung 2.1 erklärt indirekt aus der Differenz der Linienmitten von vier Kernübergängen von ^{229}Th bestimmt [Bec07, Bec09]. Neben der in Abbildung 5.3.4 gezeigten Linie handelt es sich um γ -Linien bei 29,391 keV, 42,435 keV und 42,633 keV. Die beiden höherenergetischeren Linien wurden bei 42,432 keV und 42,629 keV beobachtet und sind in Abbildung 5.6 zu sehen. Im Bereich um 29,39 keV gibt es keine Anzeichen für eine Linie. In [Bec07] beträgt das gemessene Intensitätsverhältnis der Linie bei 29,39 keV zu der bei 29,18 keV etwa 3%. Ausgehend von der Linienintensität in Abbildung 5.3.4 werden für die Linie bei 29,39 keV für diese Kanalbreite im Maximum nur fünf Ereignisse über dem Untergrund erwartet und sie kann demzufolge nicht von den Schwankungen des Untergrunds getrennt werden. Eine alternative Bestimmung der Isomerenergie aus den Linienmitten der vier genannten Kernübergänge erfordert daher eine Reduzierung des Untergrunds, der in Kapitel 5.5 näher untersucht wird.

Die Energieauflösung, die in den hier diskutierten Messungen deutlich von der benötigten beziehungsweise erwarteten Auflösung von $\Delta E_{\text{FWHM}} < 6$ eV abweicht, und deren Verbesserungspotential werden im folgenden Kapitel diskutiert.

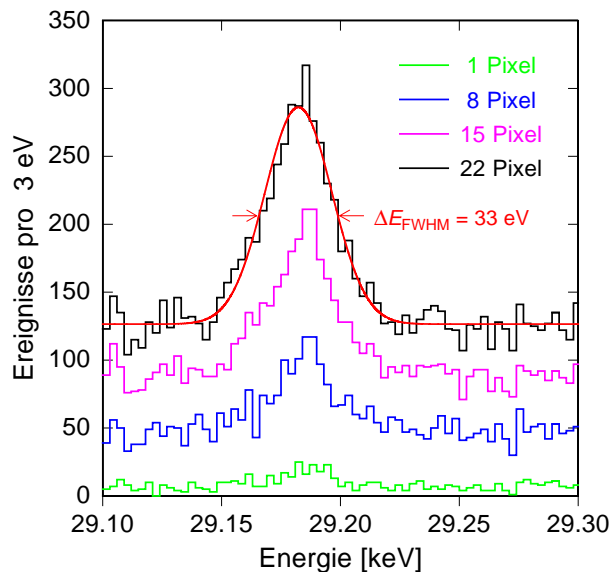


Abbildung 5.8: Gemessener Kernübergang bei 29,182 keV von ^{229}Th . Die instrumentelle Linienverbreiterung $\Delta E_{\text{FWHM}} = 33$ eV wurde durch eine numerisch angepasste Gaußverteilung bestimmt. Eine Doppelstruktur konnte nicht aufgelöst werden. Gezeigt ist außerdem wie sich die schwache Linien bei Addition der Spektren der Einzelpixel vom Untergrund abhebt.

5.4 Leistungsvermögen des Detektors

Das in Abschnitt 5.3.3 präsentierte Spektrum setzt sich aus den aufaddierten Einzelspektren von 22 Pixeln zusammen. Insgesamt besitzt der in Kapitel 4.3 beschriebene maXs30-Detektor 64 Pixel, die über 32 SQUID-Kanäle ausgelesen werden können. Die Anzahl der hier verwendeten Pixel wurde durch verschiedene Punkte begrenzt. So erfolgte die Kontaktierung zwischen den Leitungen im Kryostaten und den Leitungsbändern entlang des Kupferarms zu den SQUIDs über hoch integrierte Steckverbindung², die bisher noch nicht bei Temperaturen $< 250\text{ K}$ eingesetzt wurden. Durch die verschiedenen thermischen Kontraktionen gingen hier während des Abkühlens Verbindungen zu einzelnen SQUIDs verloren. Zudem wurden Kanäle mit Störsignalen, kleiner Pulshöhe und sehr hohem SQUID-Rauschen und dementsprechend schlechterer Auflösung nicht verwendet. Außerdem gab es vier defekte Pixel, die schon bei der optischen Kontrolle während der Fertigung als solche erkannt wurden.

Die einzelnen Parameter, auf welche im Folgenden näher eingegangen wird, sind in Tabelle 5.2 für die verschiedenen Pixel zusammengestellt.

In Abbildung 5.9 sind eine Röntgen- und eine γ -Linie aus dem in Abschnitt 5.3.3 vorgestellten Spektrum gezeigt. Sowohl die Röntgen- als auch die γ -Linie zeigen eine nicht erwartete, deutliche symmetrische Verbreiterung am Fuß der Linie. Als Linienform wird durch die endliche Auflösung des Detektors eine Gaußverteilung erwartet, die je nach Größe der natürlichen im Vergleich zur instrumentellen Linienbreite mit einem Lorentz-Profil gefaltet werden muss. Zur Beschreibung der beobachteten Linienform wurde jeweils eine Überlagerung zweier Gaußverteilungen angepasst. In beiden Fällen unterscheiden sich die Amplituden und Halbwertsbreiten der einzelnen Gaußverteilungen etwa um einen Faktor drei. Die Halbwertsbreite beträgt bei einer Energie von 19 keV $\Delta E_{\text{FWHM}} = 37\text{ eV}$. Diese setzt sich aus der Auflösung der einzelnen Pixel zusammen, welche zwischen 26 eV und 59 eV liegt. Die verbreiterte Linienform wird ebenfalls in Spektren der Einzelpixel beobachtet und wird daher nicht durch die Addition der Einzelspektren verursacht. Eine mögliche Ursache liegt in der in Abschnitt 5.3.1 beschriebenen Temperaturkorrektur anhand des temperaturempfindlichen Kanals, wodurch eventuelle lokale Temperaturschwankungen nicht korrigiert werden können. Um eine Abhängigkeit vom Abstand zum temperaturempfindlichen Kanal besser zu untersuchen, wären mehrere verteilte asymmetrische Kanäle, wie sie für noch folgende maXs30-Detektoren geplant sind, hilfreich. Zudem können Pulse im temperaturempfindlichen Kanal, die zeitgleich mit einem Ereignis in einem anderen Kanal auftreten, das Magnetisierungssignal des temperaturempfindlichen Kanals, welches diesem Ereignis zur Temperaturkorrektur zugewiesen wird,

²LST und LSH, Samtec Automotive Software & Electronicx GmbH, Kirchentellinsfurt, Deutschland

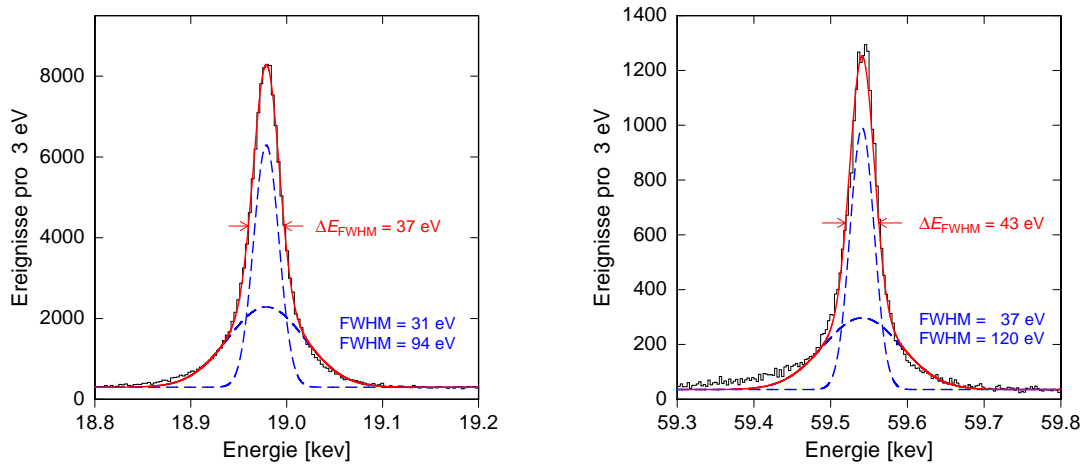


Abbildung 5.9: Linienform einer Röntgen- (links) und einer γ -Linie (rechts) aus dem in Abschnitt 5.3.3 vorgestellten Spektrum. Numerisch wurde jeweils eine Überlagerung zweier Gaußverteilungen (rot durchgezogen) angepasst. Angegeben sind die gemessene Auflösung ΔE_{FWHM} sowie die Halbwertsbreiten (FWHM) der einzelnen Gaußverteilungen (blau gestrichelt).

verfälschen und möglicherweise zu der beobachteten Verbreiterung beitragen. Für eine Bestimmung der Isomerenergie über das Auflösen des 29,18 keV-Dubletts ist eine Verbreiterung der Linienform äußerst ungünstig, da ein Beitrag durch die schwächere Linie sich je nach Auflösung mit der Verbreiterung der stärkeren Linie überlagert, und muss daher bei Verifizierung in folgenden Messungen weiter untersucht werden. Da sich bei der Bestimmung der Linienmitte über die Anpassung einer oder zweier überlagerter Gaußverteilungen kein merklicher Unterschied ergibt und sich für schwächere Linien die symmetrische Verbreiterung nicht vom Untergrund abhebt, wurden wie in Abschnitt 5.3.3 beschrieben die Energien aus Tabelle 5.1 jeweils über die Anpassung einer Gaußverteilung bestimmt.

Geht man davon aus, dass die Verbreiterung der Linienform durch einen zusätzlichen Effekt verursacht wird, so stellt die Halbwertsbreite der schmalen Gaußverteilung, welche 31 eV für die Linie bei 19 keV beträgt, ein Maß für die tatsächliche Auflösung des Detektors dar. Sie weicht damit trotzdem von der erwarteten Auflösung $\Delta E_{\text{FWHM}} < 6 \text{ eV}$ ab. Die einzelnen Gründe, aus denen sich die schlechtere Auflösung ergibt, werden im Folgenden behandelt.

Beobachtet wurde für die meisten Pixel bei einer Photonenenergie von 16,2 keV eine Pulshöhe zwischen 400 mV und 420 mV. Für eine simulierte Auflösung $< 6 \text{ eV}$ müsste die Pulshöhe bei dieser Energie jedoch im Bereich von 740 mV liegen. Einen großen Einfluss auf die Pulshöhe hat die Größe des felderzeugenden Dauerstroms (siehe Abschnitt 3.4). Optimal wäre ein Feldstrom von etwa 50 mA, der allerdings

nicht präpariert werden konnte. Die beobachtete Pulshöhe kann mit einem Feldstrom von 15 mA erklärt werden. Eine mögliche Limitierung für den Stromfluss sind die an manchen Stellen schmal ausfallenden Niobbahnen auf dem Detektorchip, welche über ein nasschemisches Ätzverfahren strukturiert wurden.

Ebenfalls einen Einfluss auf die Pulshöhe hat die Detektortemperatur, welche für obige Betrachtung aufgrund der in Abschnitt 4.4.3 beschriebenen Temperaturschwankungen des Kupferarms auf 20 mK gesetzt wurde. So trägt auch eine höhere Temperatur zu einer Reduzierung der Signalhöhe bei (siehe Gleichung 3.3). Eine Magneti-

Pixel	$\Delta E_{19\text{ keV}}$ [eV]	Pulshöhe bei 16,2 keV [mV]	$\sqrt{S_{\Phi,w}}$ [$\mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$]	$\sqrt{S_{\Phi,1/f}(1\text{ Hz})}$ [$\mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$]
5	26	422	0,35 ¹	30
6	29	421		
7	28	419	0,35 ¹	30
8	28	421		
17	47	401	0,97	36
18	45	408		
19	54	421	0,98	27
20	53	424		
21	43	419	0,94	21
22	41	417		
31	51	401	1,13	23
32	59	402		
37	48	376	0,92	33
38	49	378		
39	42	364	1,01	31
40	41	360		
59	34	424	1,06	39
60	34	424		
61	28	396	0,34	22
62	28	395		
63 ²	37	344	0,93	23
64 ²	31	403		

¹ Kanal mit PTB Verstärker-SQUID

² Temperaturempfindlicher Kanal

Tabelle 5.2: Gemessene Energieauflösung ΔE_{FWHM} für eine Photonenenergie von 19 keV für die verwendeten 22 Pixel sowie jeweilige Pulshöhe und magnetisches Flussrauschen.

sierungsmessung würde helfen die beiden Effekte voneinander zu trennen, allerdings war dies aufgrund der total symmetrisch aufgebauten Pixel beziehungsweise dem unbekanntem Grund für das temperatursensitive Verhalten des einen Kanals nicht möglich. Zudem wurden Heizeffekte durch die SQUIDs beobachtet, wodurch die Detektortemperatur von der Temperatur des Kupferarms abweichen kann. Für ein normales Einstellen der Betriebsströme der Detektor-SQUIDs wurde eine kontinuierliche Abnahme der Signalgröße mit der Anzahl in Betrieb genommener Kanäle beobachtet. Durch die Verstärker-SQUIDs, welche seitlich am Kupferarm angebracht sind, wurde hingegen kein Heizen beobachtet. Durch eine alternative Einstellung mit halb so großen Betriebsströmen der Detektor-SQUIDs konnte die Signalgröße etwa einen Faktor zwei gesteigert werden. Eine Kontrolle des Aufbaus nach der Messung zeigte, dass sich der Kleber der Detektor-SQUIDs gelöst hatte. Durch den dementsprechend schlechten thermischen Kontakt der SQUIDs mit dem Experimentierhalter erhöht sich der Wärmeeintrag durch die SQUIDs über die Bonddrähte in den Detektor im Vergleich zu vorherigen Messungen ohne Heizeffekte.

Ein weiterer Beitrag zum Unterschied zwischen gemessener und nach der Simulation erwarteter Signalgröße ist, dass die Simulation auf einem Sensormaterial aus Au:Er anstatt der verwendeten Legierung Ag:Er basiert. Bei der Verwendung der Legierung Ag:Er als Sensormaterial wird im Vergleich zu der Legierung Au:Er eine kleinere Signalgröße erwartet (siehe Abschnitt 3.3).

Für die erreichbare Auflösung spielt zudem das magnetische Flussrauschen $\sqrt{S_\Phi}$, welches in Abbildung 5.10 beispielhaft für zwei Kanäle gezeigt ist, eine Rolle (siehe Abschnitt 3.5). Entsprechend der spektralen Leistungsdichte des scheinbaren intrinsischen Flussrauschens

$$S_\Phi(f) = S_{\Phi,w} + \frac{S_{\Phi,1/f}(1 \text{ Hz})}{f^\alpha} \quad (5.1)$$

wurde über eine numerische Anpassung an die aufgenommenen Rauschspektren das konstante weiße Flussrauschen $\sqrt{S_{\Phi,w}}$ und der frequenzabhängige Beitrag bei einem Hertz $\sqrt{S_{\Phi,1/f}(1 \text{ Hz})}$ für die verschiedenen SQUID-Kanäle quantifiziert. Aufgrund der Limitierung des zur Aufnahme verwendeten Analog-Digital-Wandlers zu kleinen Frequenzen hin, haben die Datenpunkte unter 100 Hz keine Aussagekraft und wurden ebenso wie die Vielfachen des 50 Hz-Netzbrummens bei der Anpassung nicht berücksichtigt. Die Diskontinuität bei 50 kHz ist durch einen Wechsel des Messbereichs bedingt. Das Abschneiden zu hohen Frequenzen ist durch die endliche Signalfolgegeschwindigkeit der SQUID-Elektronik bestimmt. Das weiße Flussrauschen der meisten Kanäle beträgt etwa $\sqrt{S_{\Phi,w}} = 1,0 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$. Der frequenzabhängige Anteil variiert zwischen $\sqrt{S_{\Phi,1/f}(1 \text{ Hz})} = 21 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$ und $\sqrt{S_{\Phi,1/f}(1 \text{ Hz})} = 39 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$. Damit fällt das magnetische Flussrauschen deutlich größer aus, als das für die simulierte Auflösung $< 6 \text{ eV}$ angenommene SQUID-Rauschen von $\sqrt{S_{\Phi,1/f}(1 \text{ Hz})} = 5 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$

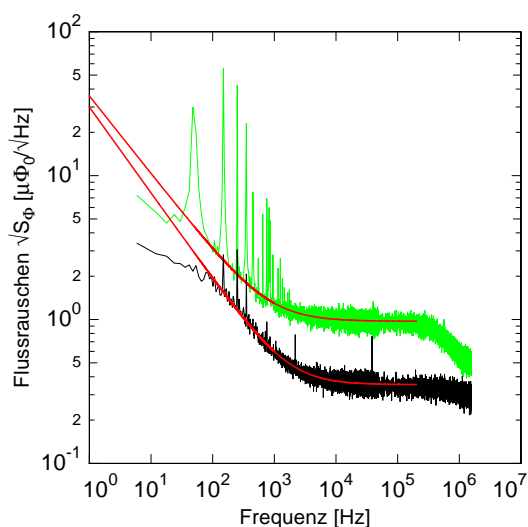


Abbildung 5.10: Beispielhafte Rauschspektren für einen Kanal mit kleinem weißem Rauschen und einem mit starken Beiträgen durch Vielfache von 50 Hz. Die roten Kurven sind numerische Anpassungen abgeleitet von Gleichung 5.1.

und $\sqrt{S_{\Phi,w}} = 0,2 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}^3$. Außerdem wird ein für die verschiedenen Kanäle unterschiedlich stark ausgeprägtes 50 Hz-Netzbrummen, welches die Auflösung verschlechtert, beobachtet. Dieses konnte trotz vieler Versuche nicht lokalisiert und behoben werden. Es gibt jedoch Hinweise auf einen Zusammenhang mit der gemeinsamen Spannungsquelle der SQUID-Elektroniken.

Mit der gemessenen Signalgröße, die mit einer Temperatur von 20 mK und einem Feldstrom von 15 mA erklärt werden kann, und einem niederfrequenten Rauschen von $\sqrt{S_{\Phi,1/f}}(1 \text{ Hz}) = 25 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$ und einem weißem Flussrauschen von $0,35 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$ beträgt die simulierte Energieauflösung des Detektors $\Delta E_{\text{FWHM}} = 25 \text{ eV}$. Gemessen wurde für einen Kanal (Pixel 61/62) mit ähnlichen Rauschwerten eine unter Beachtung des abweichenden Sensormaterials und in der Simulation unberücksichtigter Beiträge des 50 Hz-Netzbrummens vergleichbare Auflösung von $\Delta E_{\text{FWHM}} = 28 \text{ eV}$. Außerdem beruht die Simulation auf einer Auswertung der Daten anhand eines optimalen Filters. Da der verwendete neue Analog-Digital-Wandler im jetzigen Zustand noch keine Ruhe-Signale aufnehmen kann, wurden die Daten wie in Abschnitt 4.4.4 erklärt im Zeit- statt im Frequenzraum ausgewertet.

Eine schlechtere Auflösung der Pixel mit größerem Abstand zum temperatursensitiven Kanal und damit ein Hinweis auf lokale Temperaturschwankungen konnte nur als Tendenz beobachtet, aufgrund der vielen Kombinationen an Rauschwerten und Pulshöhen mit unterschiedlich stark ausgeprägten 50 Hz-Netzbrummen allerdings nicht als klarer Zusammenhang identifiziert werden. Um dies genauer zu untersuchen helfen wie bereits erwähnt mehrere asymmetrische Kanäle wie sie für zukünftige maXs30-Detektoren geplant sind.

Eine neue Generation von SQUIDs mit vermutlich niedrigerem magnetischen Flussrau-

³für Verstärker-SQUIDs aus hauseigener Produktion; für PTB Verstärker-SQUIDs entspricht dies aufgrund unterschiedlicher Kopplung etwa $0,4 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$

schen bei denen Verschaltungsfehler der verwendeten hauseigenen Verstärker-SQUIDs, die ein Einstellen der optimalen Betriebsströme erschweren, behoben sind und ein neuer Wafer mit maXs30-Detektoren werden momentan fabriziert. Erste Tests bei einer Temperatur von 4 K zeigen für maXs30-Detektoren mit plasmageätzten Niobbahnen höhere kritische Ströme als für den vorliegenden über ein nasschemisches Ätzverfahren strukturierten Detektorchip. Dies ermöglicht vermutlich die Präparation eines größeren Feldstroms und dementsprechend eine bessere Auflösung.

5.5 Untergrund der ^{233}U -Quelle

Messungen mit der ^{233}U -Quelle zeigen einen großen Untergrund. Im Fall der bei 29,18 keV gemessenen Linie haben Signal und Untergrund, wie in Abbildung 5.8 zu sehen, etwa ein Verhältnis 1:1. Ein signifikanter Beitrag zu diesem Untergrund kann auf β -Strahlung aus der Quelle zurückgeführt werden.

Abbildung 5.11 zeigt das Spektrum der ^{233}U -Quelle bei einem Abstand von 25 cm zum Detektor. Ausgehend von 10 keV zeigen sich zwei verschiedene Bereiche des Untergrunds. Zu kleineren Energien hin steigt der Untergrund steil und stark an, bis die gesetzten Triggerschwellen das hier gezeigte Spektrum im Bereich von 3 keV nach unten begrenzen. Zu größeren Energien flacht der Untergrund langsam ab. Die beiden beobachteten Beiträge zum Untergrund sind mit zwei überlagerten exponentiellen Abfällen überraschend gut beschreibbar. Da das Fenster der ^{233}U -Quelle aus

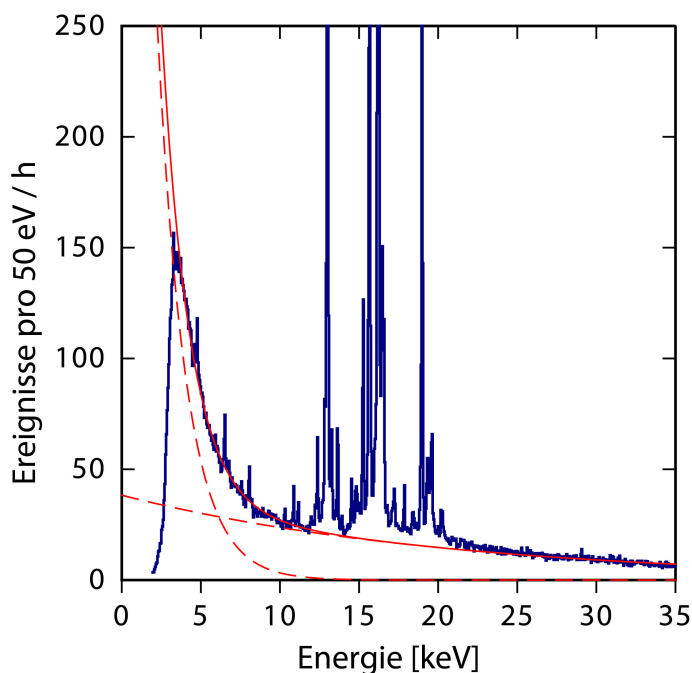


Abbildung 5.11: Ausschnitt des Spektrums der ^{233}U -Quelle. Die zwei beobachteten Beiträge zum Untergrund sind durch zwei überlagerte exponentielle Abfälle angedeutet und durch diese überraschenderweise gut beschrieben.

250 μm Aluminium besteht, für das bei einer Photonenenergie von 5 keV die Absorptionswahrscheinlichkeit 99 % beträgt, kann der Anstieg zu kleinen Energien hin nicht durch Photonen direkt aus der Quelle verursacht werden.

Trägt man die Signal-Amplituden gegen das Abweichungsquadrat χ^2 vom Musterpuls in einem Streudiagramm auf, wie es beispielhaft in Abbildung 5.12 für ein Pixel gezeigt ist, lassen sich zwei große Pulsgruppen identifizieren. Ein unteres Band mit kleinem χ^2 , in dem die dominanten Röntgenlinien als Häufungen erkennbar sind, setzt sich aus Ereignissen zusammen, die eine Pulsform mit einem schnellen Anstieg (1,4 μs) gefolgt von einem langsameren Abfall (1,4 ms) aufweisen (Abbildung 5.12 rechts). Dieses Verhalten passt zu einer Energiedeposition im Absorber und der daraus in Abschnitt 3.5 abgeleiteten Signalform. Darüber wird ein Band von Ereignissen (rot hervorgehoben) mit einer davon abweichenden Form, quantifiziert durch das größere χ^2 , beobachtet. Ereignisse aus dieser Pulsgruppe zeigen wie in Abbildung 5.12 (rechts) zu sehen einen schnellen Anstieg im Bereich einiger hundert Nanosekunden, gefolgt von einem kleineren, langsameren Anstieg im Bereich von 10 μs bis 20 μs bevor das Signal wie bei einer normalen Energiedeposition im Absorber auf einer Zeitskala von 1,4 ms abfällt. Diese zweite Gruppe verursacht den in Abbildung 5.11 beobachteten steilen Anstieg des Untergrunds zu kleinen Energien hin, wobei im Streudiagramm eine Amplitude von 1 einer Energie von 19 keV entspricht. Die abweichende Pulsform ermöglicht es diesen Beitrag zum Untergrund zu entfernen, wie es auch für das in Abschnitt 5.3.3 gezeigte Spektrum anhand eines χ^2 -Schnitts getan wurde. Im Gegensatz dazu kann ein Großteil des zu hohen Energien langsam

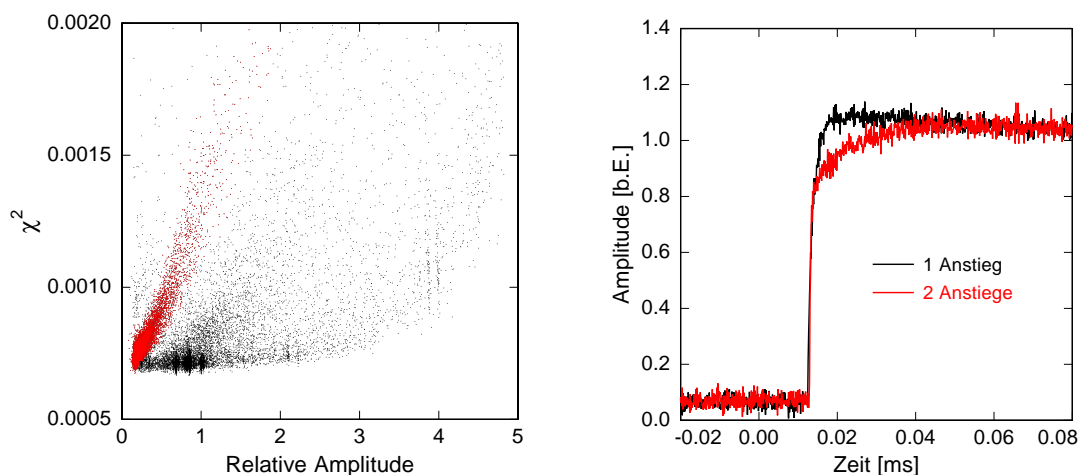


Abbildung 5.12: Amplitude gegen das Abweichungsquadrat χ^2 zum Musterpuls als Streudiagramm mit zwei großen Pulsgruppen (links), die sich in ihrer Pulsform durch zwei statt einem Anstieg unterscheiden (rechts). Im Streudiagramm entspricht eine Amplitude von 1 einer Energie von 19 keV.

abfallenden Beitrags zum Untergrund nicht aufgrund der Pulsform von den Linien getrennt werden.

Die abweichende Pulsform zeigt, dass es sich bei Ereignissen der zweiten Gruppe nicht um eine einfache Energiedeposition im Absorber handelt. Als Ursache für die Ereignisse mit zwei Anstiegen kommen Elektronen aus β -Zerfällen in der ^{233}U -Quelle in Frage. In den Zerfallsketten der beobachteten Isotope ^{233}U und ^{232}U kommen insgesamt sieben β -Strahler vor (siehe Abbildung 5.7). Im Gegensatz zu Photonen, die ihre Energie bei einer Wechselwirkung über den Photoeffekt im Absorber vollständig verlieren, geben Elektronen bis sie gestoppt werden abhängig von ihrer Energie beim Durchqueren von Materie über Stoßprozesse und Bremsstrahlung kontinuierlich Energie ab. Ein Elektron, welches auf den Detektor trifft, kann somit beim Durchqueren im Absorber, Sensor und Chip-Substrat Energie deponieren. Eine Energiedeposition direkt im Sensor und im Substrat direkt unter dem Sensor passt zu dem beobachteten schnellen ersten Anstieg von einigen hundert Nanosekunden. Erwartet wird für einen direkten Energieeintrag in den Sensor ein Anstieg von ungefähr 100 ns. Die verschiedenen Abschneidefrequenzen der SQUID-Kanäle limitieren jeweils die Signalfolgegeschwindigkeit, wodurch die beobachteten Anstiege auf einige hundert Nanosekunden beschränkt sind. Ein Wärmefluss aus weiter entfernten Regionen im Substrat zum Sensor könnte den zweiten langsameren Anstieg verursachen.

Um die Vermutung, dass die Signale von Elektronen aus der Quelle verursacht werden, zu bestätigen, wurde wie in Abbildung 5.13 (links) ein Magnet möglichst nahe unter dem Strahlengang von Quelle zu Detektor hinzugefügt. Auf Elektronen wirkt im Gegensatz zu Photonen im Magnetfeld die Lorentzkraft, wodurch sie abgelenkt und auf eine Kreisbahn gezwungen werden. Die beim β^- -Zerfall emittierten Elektronen besitzen ein kontinuierliches Spektrum, da die nach dem Zerfall, nach Abzug der Ruhemassen der Zerfallsprodukte, überschüssige Energie (Q -Wert) als kinetische Energie auf drei Teilchen, Elektron, Elektron-Antineutrino und Tochterkern, aufgeteilt wird. Aufgrund von Energie- und Impulserhaltung ist der Anteil der kinetischen Energie des schweren Tochterkerns an der frei gewordenen Energie vernachlässigbar und die maximale kinetische Energie der emittierten Elektronen entspricht somit den in Abbildung 5.7 angegebenen Q -Werten zwischen 365 keV und 5 MeV. Die mittlere kinetische Energie der Elektronen beträgt jeweils etwa $1/3$ der Endpunktsenergie. Die Geschwindigkeit v der meisten Elektronen ist somit nahe der Lichtgeschwindigkeit c . Um den Einfluss des Magneteten auf die Flugbahn der Elektronen abzuschätzen, wird der Larmor-Radius

$$r = \frac{\gamma v m_0}{e B} = \sqrt{(\gamma^2 - 1)} \cdot \frac{c m_0}{e B} \quad (5.2)$$

der relativistischen Kreisbewegung eines Elektrons in einem homogenen Magnetfeld mit magnetischer Flussdichte B betrachtet (Elementarladung e ; Ruhemasse m_0 des Elektrons). Der Lorentzfaktor

$$\gamma = \frac{1}{\sqrt{1 - (v/c)^2}} = \frac{E_{\text{kin}}}{m_0 c^2} + 1 \quad (5.3)$$

kann aus der kinetischen Energie E_{kin} der Elektronen bestimmt werden. Die magnetische Flussdichte des Magneten wird mit $B = 0,3 \text{ T}$ abgeschätzt. Aus dem größten Q -Wert des β -Zerfalls von ^{208}Tl folgt ohne Berücksichtigung von Energieverlusten im Quellenmaterial oder -fenster eine maximal mögliche kinetische Energie für aus der Quelle emittierte Elektronen von etwa 5 MeV . Für diese Energie beträgt der Lamor-Radius $r = 6,1 \text{ cm}$. Die mittlere kinetische Energie der Elektronen aus diesem β -Zerfall beträgt ungefähr $1,7 \text{ MeV}$, woraus ein Lamor-Radius von $r = 2,4 \text{ cm}$ folgt. Für die anderen β -Zerfälle mit kleinerem Q -Wert sind die abgeschätzten Radien entsprechend kleiner. Der verwendete Magnet mit einer Fläche von etwa $2 \text{ cm} \times 4 \text{ cm}$ sollte somit für einen Großteil der Elektronen einen signifikanten Einfluss auf die Flugbahn haben.

In Abbildung 5.13 (rechts) wird das Spektrum der ^{233}U -Quelle mit und ohne Magnet unter dem Strahlkonus gezeigt. In beiden Fällen betrug der Abstand zwischen Detektor und Quelle 25 cm . Der Untergrund reduziert sich über dem gesamten Energiebereich und insbesondere auch im Bereich des $29,18 \text{ keV}$ -Dubletts mit Magnet um ungefähr 80% . Aufgrund der starken Abnahme der Ereignisse mit zwei Anstiegen können diese eindeutig auf aus der Quelle emittierte Elektronen zurückgeführt werden. Darüber hinaus reduziert sich mit Magnet auch der langsam zu hohen Energien abfallende Beitrag zum Untergrund, der nicht anhand seiner Pulsform von den Linien getrennt werden kann. Daraus lässt sich schließen, dass auch dieser Beitrag durch Elektronen aus der Quelle verursacht wird. So können Elektronen, die im Absorber gestoppt werden, nicht von einem Energieeintrag durch ein Photon unterschieden werden. Der schnelle erste Anstieg der Ereignisse, die durch Elektronen verursacht werden, wird einer Energiedeposition direkt im Sensor oder im Substrat direkt unter dem Sensor zugeschrieben. Allerdings ist die Fläche des Sensors ($300 \mu\text{m} \times 300 \mu\text{m}$) etwa einen Faktor drei kleiner als die des darüberliegenden Absorbers ($500 \mu\text{m} \times 500 \mu\text{m}$). Ein Großteil der Elektronen, die den Absorber vollständig durchqueren, deponieren demnach keine Energie direkt im oder sehr nahe am Sensor und zeigen somit keinen schnellen ersten Anstieg. Der Wärmefluss bei einem Energieeintrag in das Substrat mit etwas Abstand zu einem der Sensoren könnte die Sensoren von zwei Pixeln desselben Kanals ähnlich erwärmen, wodurch aufgrund des gradiometrischen Aufbaus kein signifikanter Beitrag zum Signal entsteht. Die resultierende Signalform wird daher vermutlich von dem vorherigen Energieeintrag des Elektrons bei Durchqueren des Absorbers bestimmt, wodurch eine ähnliche Signal-

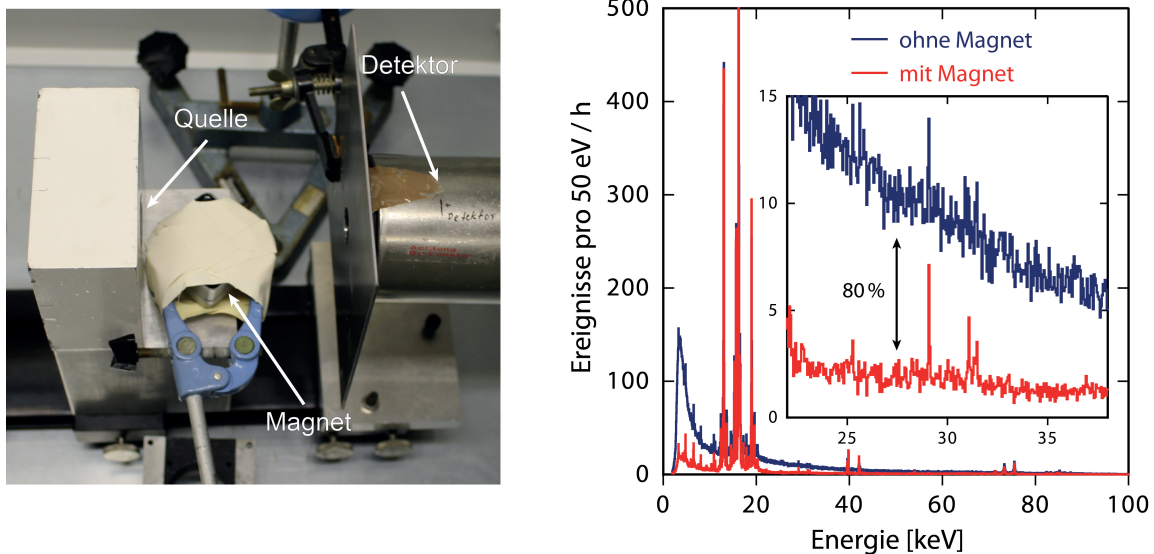


Abbildung 5.13: Magnet unter dem Strahlengang von Quelle zu Detektor zum Ablenken von Elektronen (links). Vergleich der Spektren mit und ohne Magnet unter dem Strahlengang (rechts).

form wie bei der Absorption eines Photons entsteht. Zudem könnte Bremsstrahlung in den Strahlungsschilden oder dem Kollimator aus Kupfer über dem Detektorchip zu diesem Untergrund beitragen.

Durch das Wegfallen eines Großteils der durch Elektronen verursachten Ereignisse kann die Quelle unter Zuhilfenahme des Magneten bei gleichbleibender Gesamtrate auf den Detektor näher an diesen bewegt werden. Als unteres Limit wurde ein Abstand von etwa 12 cm zwischen Quelle und Detektor gefunden. Unterschreitet man diesen Abstand wird eine Abnahme der Rate durch Abschneiden des Strahlkonus durch die Strahlungsschilde beobachtet. Zudem kam es bei zu nahem Abstand des Magneten teilweise zu Störungen der SQUIDs, was durch eine zusätzliche magnetische Schirmung über ein Stahlblech vor dem äußeren Röntgenfenster des Kryostaten abgeschwächt werden konnte (Abbildung 5.13 links).

Über verschiedene Kombinationen von einem oder zwei Magneten mit zusätzlichen Kollimatoren zwischen Quelle und Röntgenfenster wurde versucht die Anzahl an Elektronen aus der Quelle, die auf den Detektor treffen, weiter zu reduzieren. Hierbei konnte der Untergrund allerdings nicht weiter als hier gezeigt reduziert werden. Möglicherweise handelt es sich bei den verbliebenen Elektronen, die den Detektor noch erreichen, um welche mit hoher kinetischer Energie aus Zerfällen mit großem Q -Wert. In diesem Zusammenhang wurde die magnetische Flussdichte des Magneten in Gleichung 5.2 zum Abschätzen des Einflusses auf die Flugbahn der Elektronen über den Lamor-Radius möglicherweise zu groß abgeschätzt. Außerdem ist die genaue Magnetfeldverteilung, die eventuell nur lokal homogen genug ist, unbekannt. Stärke-

re, großflächige Magneten zusammen mit einer Simulation der genauen Flugbahn der Elektronen sollten eine weitere Reduktion des Untergrunds durch ein Ablenken aller Elektronen auf dem Weg zum Detektor ermöglichen. Noch einfacher zielführend ist in diesem Zusammenhang eine chemische Reinigung des Quellenmaterials, bei der die Zerfallsprodukte vom Uran-Ausgangsmaterial getrennt werden. Bei zeitnaher Messung haben sich dann, wie aus der Zerfallskette der beiden beobachteten Isotope ^{233}U und ^{232}U in Abbildung 5.7 hervorgeht, im Gegensatz zu der vorliegenden ^{233}U -Quelle noch keine β -Strahler in signifikanter Menge gebildet.

6. Zusammenfassung und Ausblick

Im Rahmen dieser Arbeit wurde das γ -Spektrum des Isotops ^{229}Th , welches aus dem α -Zerfall von ^{233}U entsteht, im Hinblick auf eine Bestimmung der Isomerenergie von ^{229}Th über das Auflösen des 29,18 keV-Dubletts untersucht. Dabei kam erstmals ein zweidimensionales Detektor-Array bestehend aus 8 x 8 metallischen magnetischen Kalorimetern zum Einsatz. Bei metallischen magnetischen Kalorimetern, welche zur Klasse der Tieftemperatur-Teilchendetektoren gehören, wird der Temperaturanstieg bei einem Energieeintrag in den Absorber, beispielsweise aufgrund der Absorption eines Photons, in Form der Magnetisierungsänderung eines paramagnetischen Sensors gemessen. Über eine Auslese der Sensormagnetisierung mit einem SQUID-Magnetometer kann so auf die Energie des absorbierten Teilchens geschlossen werden. Für den hier verwendeten Detektor wird eine Energieauflösung $\Delta E_{\text{FWHM}} < 6\text{ eV}$ erwartet.

Das 29,18 keV-Dublett setzt sich aus zwei Kernübergängen von ^{229}Th zusammen, wobei einer direkt in den Grund- und einer in den ersten angeregten isomeren Zustand führt. Bei Auflösen des Dubletts, für das eine Aufspaltung $< 10\text{ eV}$ erwartet wird, kann aus der Energiedifferenz der beiden γ -Linien die Isomerenergie direkt, d. h. ohne zusätzliche theoretische Parameter, bestimmt werden. Im hier aufgenommenen Spektrum einer ^{233}U -Quelle konnte das 29,18 keV-Dublett als einzelne Linie ohne Anzeichen einer Doppelstruktur mit einer instrumentellen Linienbreite von $E_{\text{FWHM}} = 33\text{ eV}$ beobachtet werden. Die Energieauflösung des Detektor wurde durch ein hohes magnetisches Flussrauschen der zur Auslese verwendeten SQUID-Magnetometer und einen zu geringen felderzeugenden Dauerstrom limitiert. Optimal wäre eine Feldstrom von 50 mA, der allerdings nicht präpariert werden konnte. Die beobachtete Signalhöhe kann bei einer angenommenen Detektortemperatur von 20 mK mit einem Feldstrom von 15 mA erklärt werden. Der wahrscheinlichste Grund für die Limitierung des Feldstroms sind die Niobbahnen des Detektorchips, welche über ein nasschemisches Ätzverfahren strukturiert wurden. Diese fallen an manchen Stellen schmaler aus als designt, wodurch der maximal mögliche Stromfluss durch die Bahnen an diesen Stellen begrenzt wird. Allerdings konnte anhand des 29,18 keV-Dubletts beobachtet werden wie über die Addition der Einzelspektren der Pixel auch eine schwache Linien vom Untergrund getrennt gemessen werden kann.

Über Messungen mit einer ^{241}Am -Kalibrationsquelle konnte das Bandpassverhalten einer Röntgenlinse in Kombination mit einem Bleikonus zum Blockieren des direkten Strahlengangs nachgewiesen werden. Dieses ermöglicht bei einer Fokussierung des 29,18 keV-Dubletts über die Linse den interessanten Energiebereich des Spektrums der ^{233}U -Quelle von der hohen Gesamtrate getrennt messen zu können. Die geringe

Intensität des Dubletts macht ein direktes, optimiertes Einstellen der Röntgenoptik mit der ^{233}U -Quelle sehr schwer. Eine Quelle mit ausreichend starker Intensität bei dieser Energie wird daher zur Ausrichtung benötigt. Als mögliche Quelle, die diese Anforderung erfüllt, wurde daher der neu verfügbare pyroelektrische Röntgengenerator COOL-X charakterisiert. Für einen sicheren Betrieb wurde er in einen neuen Strahlenschutzkasten mit Interlock integriert, in dem auch mit dem Aufbau für die Röntgenlinse gearbeitet werden kann. Das gemessene Bremsstrahlungsspektrum mit zusätzlichen charakteristischen Röntgenlinien von Kupfer und Tantal zeigte allerdings um eine Energie von 29,18 keV eine zu geringe Intensität und es muss daher weiter nach einer geeigneten Quelle gesucht werden. Der Röntgengenerator stellt trotzdem eine kompakte, mobile Kalibrationsquelle dar, die im Vergleich zu radioaktiven Quellen den Vorteil besitzt ein- und ausgeschaltet werden zu können.

Anhand von Röntgen- und γ -Linien im gemessenen Spektrum der ^{233}U -Quelle konnten Zerfallsprodukte aus der Zerfallskette der Isotope ^{233}U sowie ^{232}U , das trotz seines geringen Anteils am Quellenmaterial aufgrund der kleinen Halbwertszeit beobachtet wird, nachgewiesen werden. Sowohl Röntgen- als auch γ -Linien zeigen eine nicht erwartete, symmetrische Verbreiterung der Linienform im Bereich des Fußes. Als mögliche Ursache kommt die aufgrund des perfekt symmetrischen Aufbaus der Pixel über einen einzelnen temperatursensitiven Kanal erfolgende Temperaturkorrektur zum Ausgleich der schwankenden Detektortemperatur in Frage, durch die eventuelle lokale Temperaturgradienten über den Detektorchip nicht korrigiert werden können. Um dies und ebenso eine Abhängigkeit der Energieauflösung der Pixel vom Abstand zum temperaturempfindlichen Kanal genauer zu untersuchen und korrigieren zu können, wären mehrere verteilte asymmetrische Pixel, die für die folgende Generation von maXs30-Detektoren geplant sind, hilfreich.

Messungen mit der verwendeten ^{233}U -Quelle zeigen einen großen Untergrund bei Energien unter 50 keV. Ein Teil dieses Untergrunds kann aufgrund einer abweichenden Signalform mit zwei Anstiegen, wobei der schnellere der beiden auf einen Energieeintrag direkt in den Sensor oder in das Substrat direkt unter dem Sensor hinweist, von den Linien im Spektrum getrennt werden. Ein vermuteter Zusammenhang mit Elektronen aus β -Zerfällen in der Quelle konnte durch das Hinzufügen eines Magneten unter den Strahlengang von Quelle und Detektor, der Elektronen über die Lorentzkraft ablenkt, nachgewiesen werden. Durch das Ablenken der Elektronen nahm nicht nur die Anzahl an Ereignissen mit zwei Anstiegen, sondern auch der Untergrund über das gesamte Spektrum um etwa 80 % ab. Dies macht prinzipiell auch den Einsatz einer Röntgenlinse attraktiv, da bei entsprechender Abschirmung des direkten Strahlengangs ebenfalls Elektronen und Photonen auf dem Weg zum Detektor getrennt werden können.

Ebenso kann über eine reinere Quelle die Anzahl emittierter Elektronen reduziert werden. In den beobachteten Zerfallsketten der Isotope ^{233}U und ^{232}U , die insgesamt

sieben β -Strahler beinhalten, treten bei den Isotopen ^{229}Th beziehungsweise ^{228}Th jeweils längere Halbwertszeiten von 7932 a sowie 1,9 a auf. Bei einer neuen Quelle, bei deren Präparation die Zerfallsprodukte entfernt werden, haben sich daher bei zeitnaher Messung noch keine β -Strahler in signifikanter Menge, wie es bei der hier verwendeten Quelle der Fall war, gebildet. Für folgende Messungen ist daher eine neue ^{233}U -Quelle mit einem geringen erwarteten Untergrund in Fertigung. Bei dieser Quelle wird das Isotop ^{233}U zusätzlich nicht wie bisher elektrochemisch als Oxid abgeschieden, sondern als Uranylнитrat in wässriger Lösung präpariert. Durch die flüssige Quelle sollen mögliche Bremsstrahlungsbeiträge im Uran zum Untergrund, dessen starke Kernladung Elektronen besonders stark ablenkt, vermindert sowie Zeit und Aufwand für die Herstellung ebenso wie Materialverluste reduziert werden.

Mit einem auf diese Weise reduzierten Untergrund ist vermutlich eine indirekte Bestimmung der Isomerenergie aus der Energiedifferenz von vier γ -Linien, von denen eine im hier präsentierten Spektrum aufgrund des großen Untergrunds nicht beobachtet werden konnte, möglich. Für das Auflösen des 29,18 keV-Dubletts muss die Energieauflösung des Detektors durch Verwendung von rauscharmen SQUIDs auf ihren Designwert $\Delta E_{\text{FWHM}} < 6 \text{ eV}$ verbessert werden. Eine neue Generation von SQUID-Magnetometern mit vermutlich besserem magnetischen Flussrauschen ist ebenso wie ein Wafer mit neuen maXs30-Detektoren in Vorbereitung. Erste Tests bei einer Temperatur von 4 K zeigen für maXs30-Detektoren mit plasmageätzten statt über ein nasschemisches Ätzen strukturierten Niobbahnen höhere kritische Ströme, was vermutlich auch die Präparation eines größeren Feldstroms und dementsprechend eine bessere Energieauflösung ermöglicht. Durch die Kombination von besserer Auflösung und reduziertem Untergrund rückt eine genauere Bestimmung der Isomerenergie in greifbare Nähe.

Literaturverzeichnis

- [Abr70] A. Abragam und B. Bleaney, *Electron Paramagnetic Resonance of Transition Metals*, Clarendon Press, Oxford, 1970.
- [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.
- [Bé04] M.-M. Bé, V. Chisté, C. Dulieu, E. Browne, V. Chechev, N. Kuzmenko, R. Helmer, A. Nichols, E. Schönfeld und R. Dersch, *Table of Radionuclides*, volume 2, Bureau International des Poids et Mesures (BIPM), 2004.
- [Bé08] M.-M. Bé, V. Chisté, C. Dulieu, E. Browne, V. Chechev, N. Kuzmenko, F. Kondev, A. Luca, M. Galán, A. Pearce und X. Huang, *Table of Radionuclides*, volume 4, Bureau International des Poids et Mesures (BIPM), 2008.
- [Bé10] M.-M. Bé, V. Chisté, C. Dulieu, X. Mougeot, E. Browne, V. Chechev, N. Kuzmenko, F. Kondev, A. Luca, M. Galán, A. L. Nichols, A. Arinc und X. Huang, *Table of Radionuclides*, volume 5, Bureau International des Poids et Mesures (BIPM), 2010.
- [Bé11] M.-M. Bé, V. Chisté, C. Dulieu, X. Mougeot, V. P. Chechev, N. K. Kuzmenko, F. G. Kondev, A. Luca, M. Galán, A. L. Nichols, A. Arinc, A. Pearce, X. Huang und A. Wang, *Table of Radionuclides*, volume 6, Bureau International des Poids et Mesures (BIPM), 2011.
- [Bé13] M.-M. Bé, V. Chisté, C. Dulieu, X. Mougeot, V. P. Chechev, F. G. Kondev, A. L. Nichols, X. Huang und B. Wang, *Table of Radionuclides*, volume 7, Bureau International des Poids et Mesures (BIPM), 2013.
- [Bea67] J. A. Bearden, X-Ray Wavelengths, *Reviews of Modern Physics*, **39**(1), 78–124, 1967.
- [Bec07] B. R. Beck, J. A. Becker, P. Beiersdorfer, G. V. Brown, K. J. Moody, J. B. Wilhelmy, F. S. Porter, C. A. Kilbourne und R. L. Kelley, Energy splitting of the ground-state doublet in the nucleus Th229, *Physical Review Letters*, **98**(142501), 1–4, 2007.
- [Bec09] B. R. Beck, J. A. Becker, P. Beiersdorfer, G. V. Brown, K. J. Moody, C. Y. Wu, J. B. Wilhelmy, F. S. Porter, C. A. Kilbourne und R. L. Kelley, Improved Value for the Energy Splitting of the Ground-State Doublet in the Nucleus $^{229\text{m}}\text{Th}$, *12th International Conference on Nuclear Reaction Me-*

- chanisms*, 2009.
- [Ber09] J. C. Berengut, V. A. Dzuba, V. V. Flambaum und S. G. Porsev, Proposed experimental method to determine α sensitivity of splitting between ground and 7.6 eV isomeric states in Th229, *Physical Review Letters*, **102**(210801), 1–4, 2009.
- [Bro99] J. D. Brownridge und S. Raboy, Investigations of pyroelectric generation of x rays, *Journal of Applied Physics*, **86**(1), 640–647, 1999.
- [Bur08] Andreas Burck, *Entwicklung großflächiger mikrostrukturierter magnetischer Kalorimeter mit Au:Er- und Ag:Er-Sensoren für den energieaufgelösten Nachweis von Röntgenquanten und hochenergetischen Teilchen*, Dissertation, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2008.
- [Cam12] C. J. Campbell, A. G. Radnaev, A. Kuzmich, V. A. Dzuba, V. V. Flambaum und A. Derevianko, Single-ion nuclear clock for metrology at the 19th decimal place, *Physical Review Letters*, **108**(120802), 1–5, 2012.
- [Cla04] J. Clarke und A. I. Braginski (Ed.), *The SQUID Handbook: Vol. I Fundamentals and Technology of SQUIDs and SQUID Systems*, Wiley-VCH, 2004.
- [Dan05] Talgat Daniyarov, *Metallische magnetische Kalorimeter zum hochauflösenden Nachweis von Röntgenquanten und hochenergetischen Molekülen*, Dissertation, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2005.
- [Dar22] C. G. Darwin, XCII. The reflexion of X-rays from imperfect crystals, *Philosophical Magazine Series 6*, **43**(257), 800–829, 1922.
- [Des03] R. D. Deslattes, E. G. Kessler, P. Indelicato, L. De Billy, E. Lindroth und J. Anton, X-ray transition energies: new approach to a comprehensive evaluation, *Reviews of Modern Physics*, **75**(1), 35–99, 2003.
- [dM03] Pierre de Marcillac, Noël Coron, Gérard Dambier, Jacques Leblanc und Jean-Pierre Moalic, Experimental detection of α -particles from the radioactive decay of natural bismuth., *Nature*, **422**, 876–878, 2003.
- [Dol61] R. Doll und M. Näbauer, Experimental proof of magnetic flux quantization in a superconducting ring, *Physical Review Letters*, **7**(2), 51–52, 1961.
- [Dru11] D. Drung, J. Beyer, J. H. Storm, M. Peters und T. Schurig, Investigation of low-frequency excess flux noise in dc SQUIDs at mK temperatures, *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, **21**(3), 340–344, 2011.
- [Ens00] C. Enss, a. Fleischmann, K. Horst, J. Schonefeld, J. Sollner, J. S. Adams, Y. H. Huang, Y. H. Kim und G. M. Seidel, Metallic magnetic calorimeters for particle detection, *Journal of Low Temperature Physics*, **121**(3/4), 137–

- 176, 2000.
- [Ens05] C. Enss und S. Hunklinger, *Low-temperature physics*, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2005.
- [Fla06] V. V. Flambaum, Enhanced Effect of Temporal Variation of the Fine Structure Constant and the Strong Interaction in ^{229}Th , *Physical Review Letters*, **97**(9), 1–3, 2006.
- [Fle98] Andreas Fleischmann, *Hochauflösendes magnetisches Kalorimeter zur Detektion von einzelnen Röntgenquanten*, Diplomarbeit, Institut für angewandte Physik, Universität Heidelberg, 1998.
- [Fle03] Andreas Fleischmann, *Magnetische Mikrokalorimeter: Hochauflösende Röntgenspektroskopie mit energiedispersiven Detektoren*, Dissertation, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2003.
- [Fle05] A. Fleischmann, C. Enss und G. M. Seidel, *Cryogenic Particle Detection*, volume 99 of *Topics in applied physics*, chapter Metallic Magnetic Calorimeters, 151–216, Springer-Verlag, 2005.
- [GaF05] Z. O. Guimarães Filho und O. Helene, Energy of the $3/2 +$ state of ^{229}Th reexamined, *Physical Review C - Nuclear Physics*, **71**(044303), 1–4, 2005.
- [Gra16] Benjamin Grabiger, *Untersuchungen zu lichtstarken Röntgenoptiken für hohe Energien*, Diplomarbeit, Institut für Optik und Quantenelektronik, Friedrich-Schiller-Universität Jena, 2016.
- [Hah92] W. Hahn, M. Loewenhaupt und B. Frick, Crystal field excitations in dilute rare earth noble metal alloys, *Physica B*, **180-181**, 176–178, 1992.
- [He07] Xi. He und Z. Ren, Enhanced sensitivity to variation of fundamental constants in the transitions of ^{229}Th and ^{249}Bk , *Journal of Physics G: Nuclear and Particle Physics*, **34**(7), 1611–1619, 2007.
- [Hel94] R. G. Helmer und C. W. Reich, An excited state of ^{229}Th at 3.5 eV, *Physical Review C*, **49**(1845), 1845–1858, 1994.
- [Hen17] Daniel Hengstler, *Unveröffentlicht*, Dissertation, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2017.
- [Her00] T. Herrmannsdörfer, R. König und C. Enss, Properties of Er-doped Au at ultralow temperatures, *Physica B: Condensed Matter*, **288**, 1698–1699, 2000.
- [Jos62] B.D. Josephson, Possible new effects in superconductive tunnelling, *Physics Letters*, **1**(7), 251–253, 1962.
- [Kam10] Alexandra Kampkötter, *Design-Studie und Entwicklung eines großflächigen*

- gen metallisch magnetischen Kalorimeters zur orts- und energieauflösenden Detektion von hochenergetischen Molekülfragmenten*, Diplomarbeit, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2010.
- [Kar07] F. F. Karpeshin und M. B. Trzhaskovskaya, Impact of the electron environment on the lifetime of the $^{229}\text{Th}^m$ low-lying isomer, *Physical Review C - Nuclear Physics*, **76**(5), 1–10, 2007.
- [Kaz12] G. A. Kazakov, A. N. Litvinov, V. I. Romanenko, L. P. Yatsenko, A. V. Romanenko, M. Schreitl, G. Winkler und T. Schumm, Performance of a ^{229}Th Thorium solid-state nuclear clock, *New Journal of Physics*, **14**, 2012.
- [Kaz14] G. A. Kazakov, V. Schauer, J. Schwestka, S. P. Stellmer, J. H. Sterba, A. Fleischmann, L. Gastaldo, A. Pabinger, C. Enss und T. Schumm, Prospects for measuring the ^{229}Th isomer energy using a metallic magnetic microcalorimeter, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, **735**, 229–239, 2014.
- [Kro76] L. A. Kroger und C. W. Reich, Features of the low-energy level scheme of ^{229}Th as observed in the α -decay of ^{233}U , *Nuclear Physics, Section A*, **259**(29), 29–60, 1976.
- [Lit09] E. Litvinova, H. Feldmeier, J. Dobaczewski und V. Flambaum, Nuclear structure of lowest Th229 states and time-dependent fundamental constants, *Physical Review C - Nuclear Physics*, **79**(064303), 1–12, 2009.
- [LZ99] D. Luna-Zaragoza und J. Serrano G., Preparation of uranium targets by electroplating, *Applied Radiation and Isotopes*, **51**, 499–503, 1999.
- [Mat98] S. Matinyan, Lasers as a bridge between atomic and nuclear physics, *Physics Reports*, **298**(4), 199–249, 1998.
- [Mot55] B. R. Mottelson und S. G. Nilsson, Classification of the nucleonic states in deformed nuclei, *Phys. Rev.*, **99**, 1615–1617, 1955.
- [Nil69] Sven Gösta Nilsson, Chin Fu Tsang, Adam Sobiczewski, Zdzislaw Szymański, Slawomir Wycech, Christer Gustafson, Inger-Lena Lamm, Peter Möller und Björn Nilsson, On the nuclear structure and stability of heavy and superheavy elements, *Nuclear Physics A*, **131**(1), 1–66, 1969.
- [Nyq28] H. Nyquist, Thermal agitation of electric charge in conductors, *Physical Review*, **32**, 110–113, 1928.
- [Pab08] Andreas Pabinger, *Entwicklung eines vollständig mikrostrukturierten magnetischen Kalorimeters für die hochauflösende Röntgenspektroskopie*, Diplomarbeit, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2008.

-
- [Pei03] E. Peik und C. Tamm, Nuclear laser spectroscopy of the 3.5 eV transition in Th-229, *Europhysics Letters (EPL)*, **61**(2), 181–186, 2003.
- [Pei15] E. Peik und M. Okhapkin, Nuclear clocks based on resonant excitation of γ -transitions, *Comptes Rendus Physique*, **16**, 516–523, 2015.
- [Pie12] Christian Pies, *maXs-200: Entwicklung und Charakterisierung eines Röntgendetektors basierend auf magnetischen Kalorimetern für die hochauflösende Spektroskopie hochgeladener Ionen*, Dissertation, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2012.
- [Pob07] C. Pobell, *Matter and methods at low temperatures*, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2007.
- [Pow74] R. J. Powers, P. Martin, Miller G. H., R. E. Welsh und D. A. Jenkins, MUONIC ^{197}Au : A TEST OF THE WEAK-COUPPLING, *Nuclear Physics A*, **230**, 413–444, 1974.
- [Ran14] Philipp Chung-On Ranitzsch, *Development and characterization of metallic magnetic calorimeters for the calorimetric measurement of the electron capture spectrum of ^{163}Ho for the purpose of neutrino mass determination*, Dissertation, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2014.
- [Sak10] S.L. Sakharov, On the energy of the 3.5-eV level in ^{229}Th , *Physics of Atomic Nuclei*, **73**(1), 1–8, 2010.
- [Sha99] R. W. Shaw, J. P. Young, S. P. Cooper und O. F. Webb, Spontaneous Ultraviolet Emission from $^{233}\text{Uranium}/^{229}\text{Thorium}$ Samples, *Physical review letters*, **82**(1109), 1109–1111, 1999.
- [Tka11] E. V. Tkalya, Proposal for a nuclear gamma-ray laser of optical range, *Physical Review Letters*, **106**(16), 1–4, 2011.
- [Tka15] E. V. Tkalya, C. Schneider, J. Jeet und E. R. Hudson, Radiative lifetime and energy of the low-energy isomeric level in ^{229}Th , *Physical Review C - Nuclear Physics*, **92**(5), 2015.
- [Tul11] J. K. Tuli, Nuclear wallet cards 8th edn (National Nuclear Data Center), *Brookhaven National Laboratory*, 2011.
- [Utt99] S. B. Utter, P. Beiersdorfer, A. Barnes, R. W. Lougheed, J. R. Crespo López-Urrutia, J. A. Becker und M. S. Weiss, Reexamination of the Optical Gamma Ray Decay in ^{229}Th , *Physical Review Letters*, 505–508, 1999.
- [vdW16] L. von der Wense, B. Seiferle, M. Laatiaoui, J. B. Neumayr, H.-J. Maier, H.-F. Wirth, C. Mokry, J. Runke, K. Eberhardt, C. E. Düllmann, N. G. Trautmann und P. G. Thirolf, Direct detection of the ^{229}Th nuclear clock transition, *Nature*, **533**(17669), 47–51, 2016.

- [vS09] Falk von Seggern, *Development of a Metallic Magnetic Calorimeter towards a Neutrino Mass Measurement*, Diplomarbeit, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2009.
- [Wei96] H. Weinstock, *SQUID Sensors: Fundamentals, Fabrication and Applications*, Springer Science & Business Media, 1996.
- [Wil69] G. Williams und L. L. Hirst, Crystal-Field Effects in Solid Solutions of Rare Earths in Noble Metals, *Physical Review*, **185**(2), 407–415, 1969.

Danksagung

Zum Abschluss möchte ich mich bei allen bedanken, die zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben. Mein Dank gilt:

Herrn PROF. CHRISTIAN ENSS für die freundliche Aufnahme in seine Arbeitsgruppe und die Möglichkeit eine spannende Arbeit auf dem Gebiet der Tieftemperaturdetektoren schreiben zu dürfen.

ANDREAS FLEISCHMANN für seinen unerschöpflichen Wissensschatz in allen Fragen der Physik und das Korrekturlesen der Arbeit.

LOREDANA GASTALDO für ihre freundliche Art und die geniale Idee einen Magneten zu verwenden.

DANIEL HENGSTLER gilt mein besonderer Dank für die Einführungen in den Laboralltag, das Beantworten jeglicher Fragen und die Hilfe bei der Strukturierung der Arbeit.

Weiterhin danke ich allen MITGLIEDERN von F3, F4 und F5, die stets hilfsbereit waren und für eine sehr angenehme Arbeitsatmosphäre gesorgt haben.

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

Heidelberg, den 23.12.2016

.....

(Philip Schneider)