

RUPRECHT-KARLS-UNIVERSITÄT HEIDELBERG



Andreas Fleischmann

Magnetische Mikrokalorimeter:
Hochauflösende Röntgenspektroskopie
mit energiedispersiven Detektoren

Dissertation

HD-KIP-03-13

KIRCHHOFF-INSTITUT FÜR PHYSIK

INAUGURAL-DISSERTATION

zur

Erlangung der Doktorwürde

der

Naturwissenschaftlich-Mathematischen

Gesamtfakultät

der

Ruprecht-Karls-Universität

Heidelberg

vorgelegt von

Dipl.-Phys. Andreas Fleischmann

aus Würzburg

Tag der mündlichen Prüfung: 31.10.2003

**Magnetische Mikrokalorimeter:
Hochauflösende Röntgenspektroskopie
mit energiedispersiven Detektoren**

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

In der vorliegenden Arbeit wird die Entwicklung eines metallischen magnetischen Mikrokalorimeters zum hochauflösenden Nachweis von einzelnen Röntgenquanten diskutiert. Der Detektor besteht aus einem Röntgenabsorber und einem paramagnetischen Temperatursensor, über dessen Magnetisierung der Energieinhalt des kalorimetrischen Detektors bestimmt werden kann. Misst man die kleine Magnetisierungsänderung, die der Absorption eines Röntgenquanten folgt mit einem rauscharmen SQUID-Magnetometer, so erhält man durch diese ein Maß für die in den Detektor eingetragene Energie.

Es wird ein theoretisches Modell vorgestellt, das die thermodynamischen Eigenschaften der Detektoren gut beschreibt, und dadurch die Optimierung des Detektoraufbaus hinsichtlich der Signalgröße ermöglicht. Die Diskussion der maximal erreichbaren Energieauflösung ergibt, dass diese durch die thermodynamischen Energiefluktuationen zwischen den Subsystemen des Detektors fundamental limitiert ist. Die Realisierung eines digitalen optimalen Filters zur Datenanalyse wird vorgestellt und seine Eigenschaften diskutiert. Mit einem Prototypdetektor, dessen zwei Röntgensensoren von einem SQUID-Gradiometer ausgelesen werden, und der eine Quanteneffizienz von über 98% für Röntgenquanten von 6 keV besitzt, wurde eine Energieauflösung von $\Delta E_{\text{FWHM}} = 3,4 \text{ eV}$ erreicht.

Magnetic micro-calorimeters: High resolution x-ray spectroscopy using energy dispersive detectors

This thesis describes the development of a metallic magnetic micro-calorimeter to be used for the detection of single x-rays at high energy resolution. The detector consists of an x-ray absorber and a paramagnetic temperature sensor. The magnetization of which can be used as a measure of the energy content of the calorimetric detector. Monitoring the small change of magnetization upon the absorption of an x-ray using a low-noise SQUID magnetometer one obtains an accurate measure of the deposited energy.

A theoretical model has been developed which describes the thermodynamic properties of the detector very well and allows for an optimization of the detector design with respect to signal size. The discussion of the energy resolution shows a fundamental limitation, which is a result of the energy fluctuations between the thermodynamic subsystems of the detector. The realization of a digital optimal filter is presented and its properties are discussed. With a prototype detector, consisting of two x-ray sensors which are read-out by one SQUID gradiometer, a quantum efficiency of more than 98% and an energy resolution of $\Delta E_{\text{FWHM}} = 3.4 \text{ eV}$ for energies up to 6 keV has been achieved.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Detektionsprinzip magnetischer Kalorimeter	5
3	Physikalische Eigenschaften des Sensormaterials	7
3.1	Eigenschaften von ^{3+}Er -Ionen in Gold	7
3.2	Thermodynamische Beschreibung wechselwirkungsfreier magnetischer Momente	9
3.2.1	Detektorsignal	12
3.3	Thermodynamische Beschreibung wechselwirkender magnetischer Momente .	14
3.3.1	Dipol-Dipol-Wechselwirkung	15
3.3.2	RKKY-Wechselwirkung	15
3.3.3	Numerische Berechnung der thermodynamischen Größen	17
3.3.4	Theoretische Beschreibung von gemessenen thermodynamischen Eigen- schaften	21
3.4	Das Isotop ^{167}Er	24
3.5	Thermalisierungsverhalten	26
3.5.1	Signalanstieg	26
3.5.2	Abklingen des Signals	29
3.6	Magnetisches Johnson-Rauschen	32
4	Optimierung des Detektordesigns	35
4.1	Betrachtete Geometrien	35
4.2	Optimierung der Sensitivität	35
4.2.1	Optimale Sensorgeometrie	36
4.2.2	Optimale Sensorparameter	38
4.3	Ausblick: Alternative Sensorgeometrien	44

5	Energieauflösung magnetischer Kalorimeter	47
5.1	Der Detektor als kanonisches Ensemble	47
5.2	Detektormodell mit diskreten Subsystemen	49
5.2.1	Signal und Energiefluktuationen	50
5.2.2	Optimales Filtern	53
5.2.3	Optimierung der Energieauflösung	55
5.3	Beispiel	58
6	Kryotechnik	61
6.1	Adiabatischer Entmagnetisierungskryostat	61
6.2	Thermometrie und Temperaturstabilisierung	64
7	Entwicklung hochauflösender Röntgendetektoren	67
7.1	Detektoraufbau	67
7.2	Magnetometer	68
7.2.1	dc-SQUID-Magnetometer	69
7.2.2	Flussrauschen eines dc-SQUIDs	71
7.2.3	Signal-Folge-Geschwindigkeit	72
7.2.4	dc-SQUID im Magnetfeld	73
7.2.5	Temperatur des SQUID-Chips	75
7.2.6	Temperaturfluktuationen	76
7.2.7	2-stufiges, direkt-gekoppeltes dc-SQUID-Magnetometer	78
7.2.8	Leitungsführung	82
7.3	Signalverarbeitung	84
7.3.1	Datenaufzeichnung	84
7.3.2	Digitale Datenanalyse	85
7.3.3	Test des Algorithmus	88
7.4	Hochauflösende Röntgenspektroskopie	91
7.4.1	Röntgenquelle	92
7.4.2	Signalform	92
7.4.3	Signalhöhe	94
7.4.4	Energieauflösung	95

7.4.5	Analyse der Energieauflösung	98
7.4.6	Rauschen des Detektorsignals	100
7.4.7	Analyse der chemischen Zusammensetzung mittels hochauflösender Röntgenspektroskopie	103
7.5	Detektor-Prototyp für die Messung der absoluten Aktivität in der Metrologie	105
7.5.1	Detektoraufbau	106
7.5.2	Elektron-Einfang-Prozesse des Isotops ^{55}Fe	106
8	Zusammenfassung	109
	Literaturverzeichnis	113
	Danksagung	119

1. Einleitung

Unser Verständnis der Natur, sei es innerhalb der Physik, in den anderen Naturwissenschaften wie z.B. der Biologie, oder in der Medizin ist seit jeher aufs Engste mit den zur Verfügung stehenden experimentellen Nachweismethoden und Technologien verknüpft. Nur wer die Welt sieht, kann sie auch verstehen.

Seit der Entdeckung der Radioaktivität durch M. Curie [Seg98] und der Röntgenstrahlung durch W. Röntgen [Rön96] wurde eine Vielzahl unterschiedlicher Detektoren für hochenergetische Teilchen und Röntgenquanten entwickelt. Einige prominente Vertreter darunter sind die Blasenkammern, Proportionalzählrohre, Szintillationszähler, Kristallspektrometer und Halbleiter-Ionisationsdetektoren.

Heute sehr weit entwickelte Methoden zum Nachweis von Röntgenstrahlung sind zum Beispiel Kristallspektrometer und Ionisationsdetektoren auf der Basis von Silizium oder Germanium. Die Stärke von Kristallspektrometern liegt in der Ausnutzung der Interferenz bei der Beugung von Röntgenstrahlung an einem Kristall, die Energieauflösungen von unter 1 eV ermöglicht. Allerdings ist ein solcher Detektor zu jedem Zeitpunkt der Messung auch nur in einem der Auflösung entsprechendem Energieintervall zum Nachweis von Röntgenquanten bereit. Vor allem bei kleinen Intensitäten kann dies lange Messzeiten nach sich ziehen. Im Gegensatz dazu können energiedispersive Detektoren, wie die oben genannten Ionisationsdetektoren, zu jedem Zeitpunkt der Messung Röntgenquanten in einem sehr großen Energiebereich nachweisen. Die maximal erreichbare Energieauflösung ist jedoch auf Werte von etwa $\Delta E_{\text{FWHM}} > 100 \text{ eV}$ beschränkt. Bei der Auswertung absoluter Intensitäten wird oft auch die energieabhängige Quanteneffizienz beider Methoden zum Problem.

Um diese Lücke zwischen den etablierten Nachweismethoden zu schließen, wird seit etwa 20 Jahren weltweit intensiv an der Entwicklung von Tieftemperatur-Mikrokalorimetern gearbeitet. Man nutzt dabei die Tatsache aus, dass sowohl das thermische Rauschen, als auch die Wärmekapazität eines Detektors bei tiefen Temperaturen verhältnismäßig klein ist. Die Temperaturänderung, die der Absorption eines Röntgenquants folgt ist somit relativ groß und kann als Maß für die detektierte Energie verwendet werden. Diese Idee wurde zwar bereits 1935 von F. Simon [Sim35] vorgeschlagen, doch erst durch die Entwicklung leistungsfähiger Kühlmethoden erwies sie sich als vielversprechende Alternative.

Frühe Erfolge auf diesem Gebiet wurden mit Widerstandsthermometern aus hochdotierten Halbleitern erzielt [McC84]. Im Laufe der Zeit kamen eine Vielzahl anderer Techniken hinzu, von denen die supraleitenden Phasenübergangsthermometer besonders hervorstechen. Mit beiden Techniken wird heute im Röntgenenergiebereich bis 10 keV eine Energieauflösung erreicht, die um mehr als 20 mal besser ist als die theoretische Auflösungsgrenze von Germanium-Ionisationsdetektoren. Bei einer Energie von 5,9 keV (K_α -Linie von ^{55}Mn) wurde mit Halbleiter-Thermistoren eine Energieauflösung von $\Delta E_{\text{FWHM}} = 5,2 \text{ eV}$ [Ale99] und mit Phasenübergangsthermometern eine Auflösung von 4,5 eV [Irw00] erzielt.

Hochauflösende, kalorimetrische Detektoren sind für eine große Zahl von Experimenten besonders interessant. In der Astrophysik ermöglicht die Untersuchung von schwachen Röntgenquellen u.a. eine Einsicht in die Evolution des Universums. Satellitenmissionen wie *Constellation-X* (NASA) und *Xeus* (ESA) sind bereits in Planung. Die Satelliten werden Röntgenkameras an Bord haben, die aus mehreren Tausend Tieftemperatur-Mikrokalorimetern aufgebaut sind. Welche Technologie dabei zum Einsatz kommt ist allerdings noch offen.

Eigenschaften von Neutrinos werden in Experimenten wie der β -Endpunkt-Messung an ^{187}Re [Sis02] und der Suche nach dem neutrinolosen Doppel-Betazerfall von ^{130}Te [Giu03] untersucht. Hierbei ist der kalorimetrische Charakter der Tieftemperatur-Detektoren von großem Vorteil. Ist zum Beispiel das zu untersuchende Rhenium eingebettet in den Absorber des Detektors, so wird mit überaus großer Wahrscheinlichkeit die gesamte Energie, die auf das zerfallende Atom und das β -Teilchen übertragen wurde, vom Detektor registriert. In konventionellen β -Endpunkt-Messungen, wie z.B. dem 'Mainzer Neutrino Mass Experiment' [Bon02], wird im Gegensatz dazu nur die Energie der emittierten β -Teilchen nachgewiesen. Die mögliche Erzeugung angeregter Zustände im emittierenden Atom/Molekül, bzw. der Energieverlust, den die β -Teilchen auf dem Weg zum Detektor erleiden, kann dabei sehr leicht zu systematischen Fehlern bei der Bestimmung der Neutrinomasse führen.

Kombiniert man den Detektor mit einem Elektronenmikroskop, so ermöglicht die hochauflösende Röntgenfluoreszenzspektroskopie eine orts aufgelöste Analyse der Elementzusammensetzung von Festkörperoberflächen [Irw96][Wol97][Wol00]. Fortschritt auf diesem Gebiet ist insbesondere für die Prozessüberwachung in der Halbleiterindustrie von großer Bedeutung, da die typischen Strukturgrößen sets kleiner werden und heute bereits in der Größenordnung von etwa 100 nm liegen. In dieser Anwendung ist die hervorragende Energieauflösung der Tieftemperaturdetektoren von entscheidender Bedeutung. Sie erlaubt es, dass bereits niederenergetische Röntgenfluoreszenzlinien, wie z.B. die L- und M-Linien, zur Identifikation der Elemente herangezogen werden können. Die Energie des Elektronenstrahls kann somit stark reduziert werden, wodurch der Volumenbereich der Probe, der durch Sekundärprozesse angeregt wird, sehr viel kleiner wird. Die Ortsauflösung der Apparatur kann auf diese Weise deutlich verbessert werden.

Eine Vielzahl weiterer, interessanter Anwendungen und Detektortypen findet man in Übersichtsartikeln wie z.B. [Sad96] und [Twe96], oder in den Proceedings der letzten Tieftemperatur-Detektor-Tagungen LTD-9 und LTD-10 [LTD02][LTD04].

Das in dieser Arbeit diskutierte Detektionsprinzip der magnetischen Kalorimeter geht auf M. Bühler und E. Umlauf zurück [Büh88]. Sie nutzten die Magnetisierung eines paramagnetischen Dielektrikums zur Messung der Temperatur eines kalorimetrischen Detektors. Die durchgeführten Messungen versprachen eine ausgezeichnete Energieauflösung. Jedoch waren die Thermalisierungszeiten ($\tau > 50$ ms) wegen der schwachen Spin-Gitterkopplung für viele Anwendungen zu lang. Das Problem der langen Signalzeiten lässt sich jedoch beheben, indem man zu paramagnetisch dotierten Metallen übergeht [Ban93][Ban97]. In diesen Materialien sorgt die Wechselwirkung zwischen den lokalisierten magnetischen Momenten und den Elektronen des Leitungsbandes für Relaxationszeiten, die selbst

bei Temperaturen von wenigen Millikelvin noch im Bereich weniger Mikrosekunden liegen. Den Geschwindigkeitsvorteil bezahlt man allerdings mit der RKKY-Wechselwirkung, die in Metallen zu einem zusätzlichen Wechselwirkungsmechanismus zwischen den magnetischen Momenten führt. Diese Wechselwirkung führt zu einer Reduktion der Magnetisierung und zu zusätzlichen Beiträgen zur Wärmekapazität. Beide Effekte mindern die Signalgröße des Detektors. Durch geeignete Wahl des paramagnetischen Materials kann jedoch ein ausgewogener Kompromiss zwischen Geschwindigkeit und Signalgröße gefunden werden. In den hier vorgestellten Experimenten wurde eine Legierung aus Gold und dem Seltenerdmetall Erbium (Au:Er) als Sensormaterial eingesetzt.

In Kapitel 2 wird das Detektionsprinzip magnetischer Kalorimeter erklärt. Die thermodynamischen Eigenschaften des Sensormaterials werden in Kapitel 3 beschrieben. Es stellt sich dabei heraus, dass sich sowohl die Wärmekapazität, als auch die Magnetisierung des Materials gut durch numerische Simulationsrechnungen im Rahmen der Gleichgewichtsthermodynamik beschreiben lassen.

Diese Simulationsrechnungen werden in Kapitel 4 verwendet, um Design-Regeln abzuleiten, mit denen die Größe des Detektorsignals maximiert werden kann. Dabei wird angenommen, dass die Größe des Röntgenabsorbers und die Arbeitstemperatur des Detektors durch die Anforderungen eines bestimmten Experiments vorgegeben sind. In diesem Fall erhält man aus der Optimierungsrechnung einen vollständigen Satz der Sensorparameter, die die Sensitivität des Detektors zu maximieren: Die Größe des paramagnetischen Sensors, die Konzentration der magnetischen Ionen und den Betrag des äußeren Magnetfeldes.

In Kapitel 5 wird die Energieauflösung magnetischer Kalorimeter mit Hilfe eines idealisierten thermodynamischen Modells diskutiert. Dabei stellt sich heraus, dass die Energieauflösung durch thermodynamische Energiefluktuationen zwischen den Subsystemen des Detektors auf fundamentale Weise limitiert ist. Um die Ergebnisse zu illustrieren, wird ein Detektor vorgestellt, der bei einer Temperatur von $T = 50$ mK arbeitet und dessen Absorber eine Wärmekapazität von $C_{\text{Abs}} = 1$ pJ/K besitzt. Dies entspricht z.B. einem quadratischen Röntgenabsorber aus Gold mit einer Fläche von $250 \mu\text{m} \times 250 \mu\text{m}$ und einer Dicke von $5 \mu\text{m}$. Für Röntgenquanten im Energiebereich bis 6 keV besitzt dieser Absorber eine Quanteneffizienz von über 98%. Als Abklingzeit des Signals wird eine Zeitkonstante von $\tau = 1$ ms angenommen. Für die maximal erreichbare Energieauflösung dieses Detektors ergibt die Diskussion einen Wert von $\Delta E_{\text{FWHM}} \simeq 1,4$ eV.

Kapitel 6 beschäftigt sich mit den eingesetzten Kühltechniken. In Kapitel 7 wird die Entwicklung eines magnetischen Mikrokalorimeters für die hochauflösende Röntgenspektroskopie diskutiert. Der Detektor besteht aus zwei Röntgensensoren, die von einem gradiometrischen dc-SQUID-Magnetometer ausgelesen werden. Es wird eine zweistufige, direktgekoppelte SQUID-Anordnung vorgestellt, die eine schnelle und rauscharme Auslesung der Detektorsignale bei geringer Leistungsdissipation ermöglicht.

Der vorgestellte Detektorprototyp wird bei einer Temperatur von $T = 30$ mK betrieben und besitzt zwei Röntgenabsorber aus Gold, deren Fläche jeweils $150 \mu\text{m} \times 150 \mu\text{m}$ beträgt. Die Dicke der Absorber ist $5 \mu\text{m}$. Dies entspricht einer Quanteneffizienz von über 98% für Röntgenenergien bis 6 keV. Messungen der K_{α} -Linie von Mangan (^{55}Mn) ergaben, dass die

instrumentelle Linienbreite bei Röntgenenergien bis zu 6 keV einen Wert von $\Delta E_{\text{FWHM}} = 3,4 \text{ eV}$ besitzt. Das erreichte Auflösungsvermögen von $E/\Delta E_{\text{FWHM}} \simeq 1700$ kann zur Zeit nur durch den Einsatz von Kristallspektrometern übertroffen werden. Desweiteren wird in Kapitel 7 gezeigt, dass die Energieauflösung des Detektors bereits ausreicht, um anhand der Form der K_{β} -Linie von ^{55}Mn den chemischen Bindungszustand der emittierenden Atome zu ermitteln.

Abschließend wird ein Detektorprototyp vorgestellt, der für den Einsatz in der Metrologie entwickelt wurde. Er besitzt einen Röntgenabsorber, der die zu untersuchende radioaktive Quelle komplett umschließt, und mit einer Quanteneffizienz von über 99,9% alle emittierten Elektronen und Röntgenquanten detektiert. Erste Ergebnisse zeigen, dass Tieftemperatur-Detektoren auf diesem Gebiet eine vielversprechende Alternative zu den herkömmlichen Nachweismethoden darstellen. Zum Beispiel ist die Quanteneffizienz von Halbleiter-Ionisationsdetektoren für energiereiche Elektronen und Röntgenquanten niedriger Energie stark reduziert und obendrein eine Funktion der Energie. Dies ist vor allem bei Messungen der absoluten Aktivität problematisch. Tieftemperatur-Mikrokalorimeter können hingegen so entwickelt werden, dass sie für alle nachzuweisenden Teilchen eine Quanteneffizienz von nahezu 100% besitzen.

2. Detektionsprinzip magnetischer Kalorimeter

Die physikalische Grundlage eines Kalorimeters ist der erste Hauptsatz der Thermodynamik. Wie sich das kalorimetrische Prinzip bei der Messung der Energie von Röntgenquanten verwenden lässt, soll anhand des Bildes 2.1 erklärt werden.

Ein magnetisches Kalorimeters besteht aus einem Absorber für Röntgenquanten und einem paramagnetischen Temperatursensor, der sich in einem äußeren Magnetfeld H befindet. Die beiden Systeme stehen in gutem thermischen Kontakt zu einander, und sind über eine hinreichend schwache thermische Ankopplung mit einem Wärmereservoir der Temperatur T verbunden.

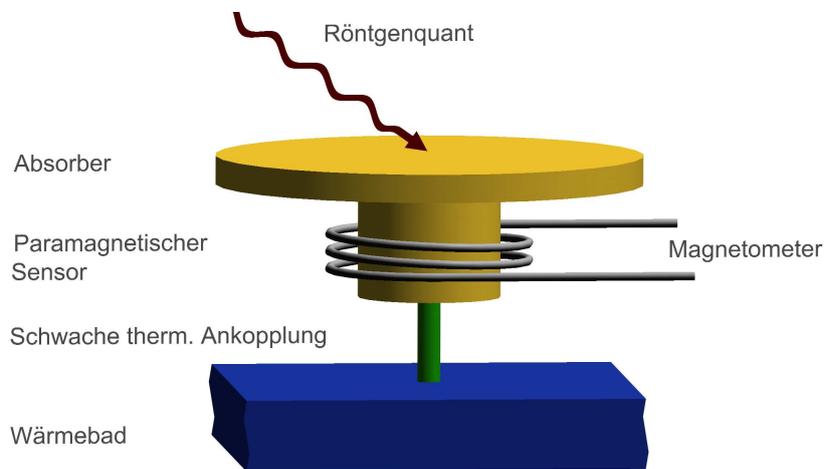


Abb. 2.1: Prinzip eines magnetischen Kalorimeters.

Die Absorption eines Röntgenquants im Detektor entspricht einem Energieeintrag δE in das Kalorimeter, der zu einer Temperaturerhöhung

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

führt. Bei bekannter Gesamtwärmekapazität des Kalorimeters, C_{tot} , lässt sich die Messung des Energieeintrags also auf eine Temperaturmessung reduzieren.

Aufgrund des paramagnetischen Verhaltens des Temperatursensors ist mit der Temperaturänderung δT eine Abnahme der Magnetisierung des Sensors verknüpft. Diese lässt sich äußerst empfindlich mittels eines SQUID-Magnetometers nachweisen und stellt ein Maß für die eingebrachte Energie dar. Ist der Energieeintrag ins Kalorimeter hinreichend klein, so ist die resultierende Magnetisierungsänderung δM proportional zur absorbierten Energie und durch den Ausdruck

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

gegeben.

Aus Beziehung 2.2 lassen bereits zwei wichtige Forderungen an den Aufbau eines magnetischen Kalorimeters ableiten. Zum einen erkennt man, dass es vorteilhaft ist, ein Sensormaterial zu verwenden, dessen Magnetisierung eine starke Temperaturabhängigkeit aufweist. Zum anderen sieht man, dass es wichtig ist, die Gesamtwärmekapazität des Kalorimeters, C_{tot} , so klein wie möglich zu halten, um die Temperaturänderung nach der Absorption eines Röntgenquants zu maximieren.

Drei weitere typische Forderungen an einen Detektor für Röntgenquanten sind: eine große Absorberfläche, eine große Quanteneffizienz und eine hohe Zählrate.

Der Wunsch nach einem großflächigen Absorber mit großer Quanteneffizienz lässt sich prinzipiell leicht durch einen Absorber mit großem Volumen und hoher Kernladungszahl (z.B. Au, Pb, Bi) erfüllen. Um gleichzeitig die Forderung einer kleinen Wärmekapazität zu erfüllen, ist es vorteilhaft, den Detektor bei tiefen Temperaturen zu betreiben, da sowohl die phononische, als auch die elektronische Wärmekapazität zu tiefen Temperaturen hin stark abnimmt. Die Arbeitstemperatur der hier vorgestellten Detektoren liegt daher im Bereich von 10 mK bis 100 mK. Dieser Temperaturbereich ist mit Hilfe heutiger Kühlmethoden, wie z.B. einem $^3\text{He}/^4\text{He}$ -Verdünnungskryostaten oder einem Entmagnetisierungskryostaten (siehe [Pob96], [Ens00b]), mit vertretbarem Aufwand zugänglich.

Tiefe Temperaturen haben zusätzlich zur Signalsteigerung noch einen weiteren positiven Einfluss auf die Energieauflösung eines magnetischen Kalorimeters. In Kapitel 5 wird gezeigt, dass die maximal erreichbare Energieauflösung eines magnetischen Kalorimeters hauptsächlich durch thermodynamische Energiefluktuationen zwischen den Subsystemen des Kalorimeters limitiert ist. Diese Fluktuationen sind proportional zur Temperatur und zur Wurzel aus der Wärmekapazität und sprechen daher für eine möglichst tiefe Arbeitstemperatur des Kalorimeters.

Um bei diesen Temperaturen die Forderung nach einer hohen Zählrate erfüllen zu können, sollte der Absorber ein metallisches System, z.B. Au oder Bi, und der Sensor ein metallisches System, dotiert mit magnetischen Ionen sein. Diese Einschränkung ist notwendig, da nur metallische Systeme eine hinreichend schnelle Thermalisierung gewährleisten können. Unter den vielen möglichen Absorber- und Sensormaterialien hat sich bisher insbesondere eine Kombination bewährt, die als Absorbermaterial reines Gold (5N) und als paramagnetisches Sensormaterial eine verdünnte Legierung aus Gold mit dem Seltenerdmetall Erbium (Au:Er) verwendet. Sie wurde bereits mehrfach (siehe z.B. [Fle98], [Sch00], [Ens00a]) zum Bau von Röntgendetektoren verwendet und stellt einen ausgewogenen Kompromiss zwischen Quanteneffizienz, Wärmekapazität, Magnetisierung, chemischer Stabilität, Verarbeitbarkeit und erreichbarer Zählrate dar.

Das nun folgende Kapitel wird eine detaillierte Diskussion der Eigenschaften des verwendeten Sensormaterials bieten. Es wird sich dabei herausstellen, dass es sich um ein gut beschreibbares thermodynamisches System handelt. Daher kann für eine gegebene Anwendung das Detektordesign mit Hilfe von Optimierungsrechnungen so optimiert werden, dass die Signalgröße maximal ist (Kapitel 4), und es kann eine fundamentale Grenze der erreichbaren Energieauflösung angegeben werden (Kapitel 5).

3. Physikalische Eigenschaften des Sensormaterials

3.1 Eigenschaften von ^{3+}Er -Ionen in Gold

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurden verdünnte Legierungen aus Gold (Au) und dem Seltenerdmetall Erbium (Er) als Temperatursensoren eingesetzt. Während sich reines Gold diamagnetisch verhält und bei Raumtemperatur eine magnetische Volumenssuszeptibilität von $\chi_{\text{Au}} = -3,45 \cdot 10^{-5}$ besitzt, zeigen die hinzugefügten Erbiumionen wegen ihrer nur unvollständig gefüllten $4f$ -Schale paramagnetisches Verhalten. Bei den in dieser Arbeit diskutierten Legierungen überwiegt das paramagnetische Verhalten im Temperaturbereich unter etwa 50 K.

Die theoretische Beschreibung von paramagnetischen Ionen in Metallen ist im allgemeinen ein facettenreiches Problem. Das hier diskutierte System Au:Er wurde in der Vergangenheit in ESR¹- und Suszeptibilitätsmessungen untersucht (z.B. [Tao71] und [Wil69]), so dass ein Großteil der benötigten Parameter als bekannt angesehen werden kann. Im folgenden werden die für diese Arbeit relevanten Daten zusammengefasst und, darauf aufbauend, eine thermodynamische Beschreibung des Systems Au:Er bei tiefen Temperaturen angegeben.

Bei der Dotierung von Gold mit Erbium geben die Er-Atome jeweils drei Elektronen an das System der delokalisierten Elektronen ab und besetzen reguläre Gitterplätze der fcc-Matrix von Gold (Gitterkonstante $a_0 = 4,08 \text{ \AA}$). Die verbleibenden dreiwertigen Ionen besitzen die Elektronenkonfiguration $[\text{Kr}] 4d^{10}4f^{11}5s^25p^6$, deren räumliche Ausdehnung einen Radius von etwa 1 \AA hat. Das paramagnetische Verhalten dieser Ionen erklärt sich durch das permanente magnetische Moment, das die Elektronen der unvollständig gefüllten $4f$ -Schale tragen. Diese Schale liegt mit einem Radius von ca. $0,3 \text{ \AA}$ tief im Inneren der Er-Ionen, und die Größe des Kristallfeldes ist am Ort der $4f$ -Elektronen durch die äußeren Elektronen stark reduziert. Aus diesem Grund ist es bei der Berechnung des magnetischen Moments der Er-Ionen in Gold möglich, die Gesamtdrehimpulse \mathbf{L} , \mathbf{S} und \mathbf{J} nach den Hundschen Regeln zu ermitteln, und das magnetische Moment $\boldsymbol{\mu}$ mit Hilfe des Landé-Faktors

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

und der Beziehung

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

zu berechnen. Angeregte Elektronenzustände müssen nicht berücksichtigt werden². Für das Er^{3+} -Ion findet man auf diese Weise: $L = 6$, $S = 3/2$, $J = 15/2$ und $g_J = 6/5$.

¹ESR = Elektronen-Spin-Resonanz

²Gleiches gilt für alle dreiwertigen Ionen der Seltenerdmetalle, mit Ausnahme von Sm^{3+} und Eu^{3+} . Hier müssen auch angeregte Elektronenzustände berücksichtigt werden.

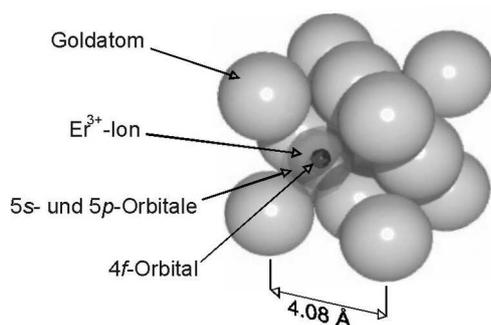


Abb. 3.1: Schematische Darstellung eines Gitterausschnitts einer Au:Er-Legierung. Die Er³⁺-Ionen nehmen reguläre Gitterplätze der Au-Matrix ein. Die 4f-Schale des Erbiumions liegt tief im Inneren des Ionenrumpfes.

Beschreibt man die temperaturabhängige Magnetisierung von Au:Er-Legierungen mit Hilfe des so ermittelten magnetischen Moments der Er-Ionen, so findet man bei hohen Temperaturen ($T > 100$ K) eine gute Übereinstimmung zwischen Theorie und Experiment (siehe [Wil69]). Für eine Erweiterung des Modells auf tiefe Temperaturen ist es jedoch notwendig, den Einfluss des Kristallfeldes auf die Zustände der Er³⁺-Ionen zu berücksichtigen. Beschrieben wird dieses Kristallfeld durch ein zusätzliches Potential mit der fcc-Symmetrie des Wirtskristalls Gold, welches bewirkt, dass die 16-fache Entartung des Er³⁺-Grundzustandes teilweise aufgehoben wird. An die Stelle des $(2J + 1)$ -Multipletts tritt eine Gruppe von Multipletts (Γ_6 -, Γ_7 -Doublett, $3 \times \Gamma_8$ -Quartett), deren energetisch günstigstes, im Fall von Er³⁺ in Gold, ein Γ_7 -Kramers-Doublett ist. Bei hinreichend tiefen Temperaturen und kleinen magnetischen Feldern ist es daher möglich, das magnetische Verhalten von Erbium in Gold durch ein 2-Niveau-System zu beschreiben, dessen Quasi-Spin $\tilde{S} = 1/2$, und dessen effektives, isotropes gyromagnetisches Verhältnis $\tilde{g} = 34/5$ ist [Abr70]. Dieser theoretische Wert wurde bereits mehrfach in ESR-Messungen bestätigt, siehe z.B. [Tao71]. Für die Energieaufspaltung zwischen dem Γ_7 -Kramers-Doublett (Grundzustand) und dem ersten angeregten Multipllett (Γ_8 -Quartett) wurden in unterschiedlichen Messungen Werte zwischen $11 \text{ K} \cdot k_B$ und $19 \text{ K} \cdot k_B$ gefunden (Hyperfein-Resonanz-Spektroskopie: $11 \pm 2 \text{ K} \cdot k_B$ [Sjö75], ESR: $16 \pm 6 \text{ K} \cdot k_B$ [Dav73], Gleichfeldsuszeptibilität: $19 \text{ K} \cdot k_B$ [Wil69], Neutronenstreuung: $17 \pm 0,5 \text{ K}$ [Hah92]).

Bild 3.2 zeigt die magnetische Suszeptibilität von Au:Er als Funktion der Temperatur im Temperaturbereich zwischen $100 \mu\text{K}$ und 300 K . Die gezeigten Daten stammen aus drei unterschiedlichen Messungen³. Während die Messpunkte bei hohen Temperaturen ($T > 100 \text{ K}$) der erwarteten Curie-Gerade für $J = 15/2$ und $g_J = 6/5$ folgen, weichen sie unterhalb dieser Temperatur mehr und mehr von dieser Hochtemperaturnäherung ab, da die Besetzung der höheren Kristallfeld-Multipletts abnimmt. Bei Temperaturen unter etwa $T = 1,5 \text{ K}$ sind fast ausschließlich die beiden Energieniveaus des Γ_7 -Kramers-Doublets besetzt, und die Datenpunkte folgen in diesem Bereich der Curie-Gerade für $\tilde{S} = 1/2$ und $\tilde{g} = 6,8$.

Unterhalb von $T \simeq 50 \text{ mK}$ erreicht die gemessene Suszeptibilität nicht mehr die vom Curie-Gesetz vorhergesagten Werte. Diese Abweichung nimmt mit sinkender Temperatur

³ $T \lesssim 20 \text{ mK}$: Wechselfeldmessung der Suszeptibilität mit einer Impedanz-Messbrücke vom Typ LR700 (Linear Research) [Her00]; $20 \text{ mK} \lesssim T \lesssim 1,4 \text{ K}$: Messung der Magnetisierung in einem kleinen magnetischen Gleichfeld mit Hilfe eines dc-SQUID-Magnetometers; $T \gtrsim 1,4 \text{ K}$: Messung der Magnetisierung in einem kleinen magnetischen Gleichfeld mit Hilfe eines kommerziellen SQUID-Magnetometers.

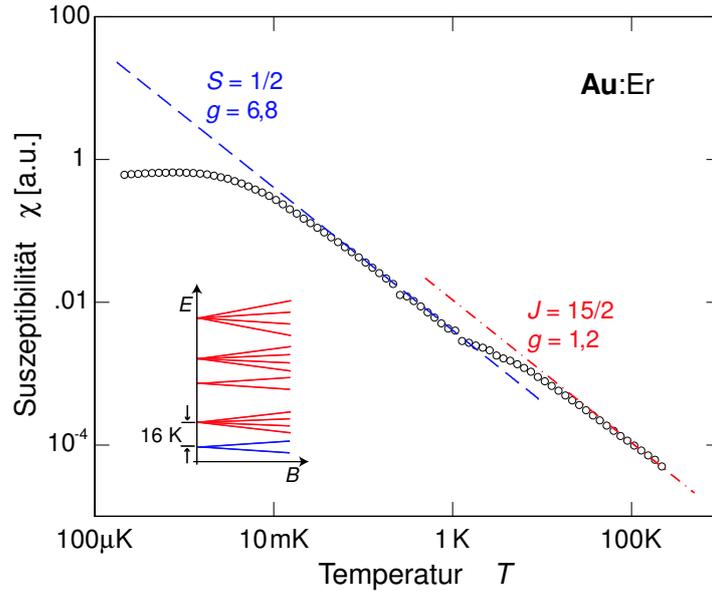


Abb. 3.2: Magnetische Suszeptibilität einer Au:Er (600 ppm) Probe als Funktion der Temperatur. Von den Messwerten wurde der diamagnetische Anteil der Gold-Matrix subtrahiert. Zusätzlich eingezeichnet sind die Curie-Geraden für $J = 15/2$, $g_J = 6/5$ und $\tilde{S} = 1/2$, $\tilde{g} = 34/5$.

rapide zu und lässt sich auf den zunehmenden Einfluss der Wechselwirkung zwischen den magnetischen Momenten zurückführen. Bei einer Temperatur von $T = 0,9$ mK durchläuft die Suszeptibilität schließlich ein Maximum, welches auf den Übergang des Systems in einen Spinglaszustand hinweist.

Im Temperaturbereich zwischen 10 mK und 1 K zeigen die Er^{3+} -Ionen in Gold also ein annähernd paramagnetisches Verhalten, das sich mittels der Größen $\tilde{S} = 1/2$ und $\tilde{g} = 6,8$ des Γ_7 -Kramers-Doubletts beschreiben lässt. Die noch folgende thermodynamische Beschreibung des Sensormaterials Au:Er wird sich auf dieses Doublett beschränken, und die Wechselwirkung zwischen den magnetischen Momenten mit Hilfe von numerischen Berechnungen berücksichtigen.

3.2 Thermodynamische Beschreibung wechselwirkungsfreier magnetischer Momente

Im Gegensatz zu vielen anderen Konzepten der Teichendetektion verwendet das in dieser Arbeit diskutierte Detektionsprinzip die Messung der Magnetisierung, also eine thermodynamische Gleichgewichtsgröße, als Temperaturinformation. Die Größe des Detektorsignals bei der Absorption eines Röntgenquants sollte sich daher mit großer Zuverlässigkeit theoretisch beschreiben lassen. Dies ist bei Detektorkonzepten wie den supraleitenden Phasenübergangskalorimetern, nicht unmittelbar möglich, da die theoretische Beschreibung des elektrischen Widerstandes einer supraleitenden dünnen Schicht am Phasenübergang

zum normalleitenden Zustand sehr komplex ist, und das Verhalten stark von der Geometrie und von Verunreinigungen abhängt.

Die Grundlage der thermodynamischen Beschreibung magnetischer Systeme ist stets ein geeignetes thermodynamisches Potential. Im hier betrachteten Fall bietet sich die *freie Energie* F mit dem vollständigen Differential

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

an, wobei der Einfluss von Volumenänderungen bereits vernachlässigt wurde. Eine Brücke zur statistischen Physik lässt sich z.B. mit Hilfe des Ausdrucks

$$F = -Nk_B T \ln z \quad (3.4)$$

schlagen. Die freie Energie F ist also eine Funktion der Zahl der magnetischen Momente N , der Boltzmann Konstante $k_B = 1,381 \cdot 10^{-23}$ J/K, der Temperatur T und der *Ein-Teichen-Zustandssumme*

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

Die Größen E_i sind dabei die Energieeigenwerte, die *einem* magnetischen Moment zugänglich sind.

Aus den Gleichungen 3.3-3.5 folgt für die Wärmekapazität C , die Magnetisierung M und deren Ableitung nach der Temperatur $\partial M/\partial T$:

$$C = \frac{N}{k_B T^2} \{ \langle E^2 \rangle - \langle E \rangle^2 \} \quad (3.6)$$

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

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

Diese allgemeine Theorie magnetischer Momente soll nun auf den Fall der Er^{3+} -Ionen in Gold angewendet werden. Wie im vorherigen Abschnitt gezeigt wurde, besitzen Erbium-Ionen in Gold bei tiefen Temperaturen zwei mögliche Orientierungen des magnetischen Moments im äußeren Magnetfeld⁴ \mathbf{B} . Die zugehörigen Energieeigenwerte sind

$$E_{m_{\tilde{s}}} = m_{\tilde{s}} \tilde{g} \mu_B B \quad (3.9)$$

wobei $m_{\tilde{s}} = \pm 1/2$ die z -Komponente des Quasi-Spins, $\tilde{g} = 6,8$ der effektive, isotrope Landé-Faktor des Γ_7 -Kramers-Doubletts, $\mu_B = 9,274 \cdot 10^{-24}$ Am² das Bohrsche Magneton, und B der Betrag des magnetischen Feldes ist.

⁴Die Begriffe *Magnetfeld* (H) und *magnetische Induktion* (B) werden in dieser Arbeit häufig gleichgesetzt, um den Text nicht unnötig kompliziert werden zu lassen. An Stellen, an denen die Unterscheidung jedoch wichtig ist, wird sie auch vollzogen.

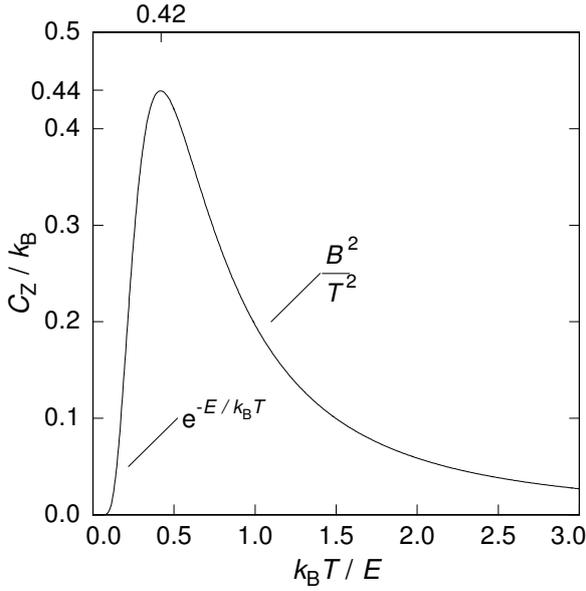


Abb. 3.3: Wärmekapazität C eines Zwei-Niveau-Systems mit der Energieaufspaltung $\Delta E = \tilde{g}\mu_B B$ als Funktion der reduzierten Temperatur $k_B T / \Delta E$. Außerdem wird auf Näherungen für die Fälle $T \ll E/k_B$ und $T \gg E/k_B$ hingewiesen.

Wendet man hierauf die Beziehungen 3.6–3.8 an, wobei der Index i durch $m_{\tilde{S}}$ zu ersetzen ist, so findet man für die Wärmekapazität den Ausdruck

$$C_Z = N k_B \left(\frac{E}{k_B T} \right)^2 \frac{e^{E/k_B T}}{(e^{E/k_B T} + 1)^2} . \quad (3.10)$$

Dieser, allgemein als Schottky-Anomalie bekannte Verlauf der spezifischen Wärme zeigt ein Maximum, falls die thermische Energie $k_B T$ ungefähr gleich der halben Energieaufspaltung $\Delta E = g_{\tilde{S}}\mu_B B$ ist (siehe Bild 3.3).

Auf analoge Weise kann die Magnetisierung der Au:Er-Legierungen als Funktion von Temperatur und Magnetfeld berechnet werden, und man erhält

$$M = \frac{N}{V} \tilde{g} \tilde{S} \mu_B \mathcal{B}_{\tilde{S}}(h) \quad (3.11)$$

mit der Brillouinfunktion

$$\mathcal{B}_{\tilde{S}}(h) = \frac{2\tilde{S} + 1}{2\tilde{S}} \coth \left[\frac{(2\tilde{S} + 1)h}{2\tilde{S}} \right] - \frac{1}{2\tilde{S}} \coth \left[\frac{h}{2\tilde{S}} \right] \quad (3.12)$$

und deren Argument

$$h = \frac{\tilde{S} \tilde{g} \mu_B B}{k_B T} . \quad (3.13)$$

Die Magnetisierung ist proportional zur Dichte der magnetischen Ionen, N/V , und zur maximalen z -Komponente des magnetischen Moments, $\tilde{S} \tilde{g} \mu_B$. Die Temperatur- und Feldabhängigkeit der Magnetisierung geht über die Brillouinfunktion in die Magnetisierung ein, deren Argument proportional zum Verhältnis B/T ist. In Bild 3.4 ist die Brillouinfunktion $\mathcal{B}_{\tilde{S}}(h)$ für den hier betrachteten Fall $\tilde{S} = 1/2$ dargestellt. Bei tiefen Temperaturen ($h \gg 1$) sind alle magnetischen Momente parallel zum äußeren Feld ausgerichtet, und die Magnetisierung nähert sich an einen Sättigungswert an. Im Grenzfall hoher Temperaturen ($h \ll 1$) verschwindet die Magnetisierung proportional zu $1/T$ und man beobachtet das bekannte Curie-Verhalten.

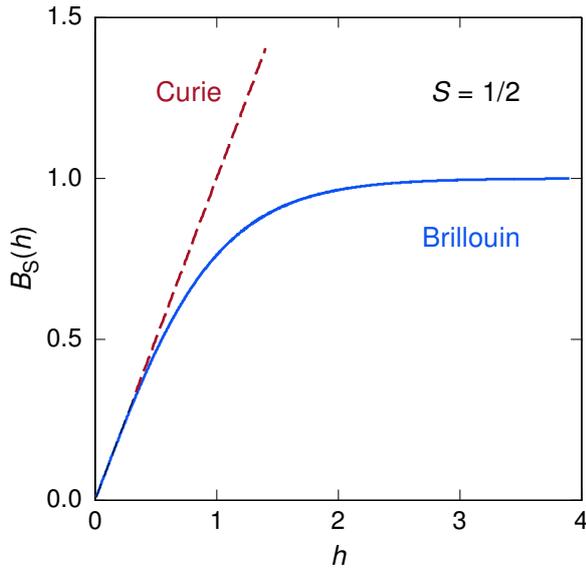


Abb. 3.4: Brillouinfunktion $\mathcal{B}_{1/2}(h)$, gemeinsam mit entsprechender Curie-Näherung.

3.2.1 Detektorsignal

Zur Diskussion der Größe des Detektorsignals nach der Absorption eines Röntgenquants bietet sich die Änderung des gesamten magnetischen Moments des Sensors an, da diese unabhängig von der Sensorgeometrie ist. Würde man bei der Berechnung des Detektorsignals annehmen, dass die Thermodynamik des Detektors ausschließlich von den bisher behandelten wechselwirkungsfreien Spins bestimmt wird, so ergäbe sich für die Signalgröße Δm die einfache Beziehung

$$\delta m = \frac{\partial M}{\partial T} \frac{\delta E}{C} = \frac{\delta E}{B} . \quad (3.14)$$

Sie spiegelt die Tatsache wieder, dass das Spinsystem nur durch Umklappen von magnetischen Momenten Energie aufnehmen kann. Jeder dieser Prozesse benötigt eine Energie $\tilde{g}\mu_B B$ und ändert das gesamte magnetische Moment des Sensors um $\tilde{g}\mu_B$. In diesem Modell würde die Empfindlichkeit des Detektors zu kleinen Magnetfeldern hin proportional zu $1/B$ zunehmen, da die Zeeman-Aufspaltung abnimmt und somit bei gleichem Energieeintrag eine zunehmende Anzahl von Spins umgeklappt werden können.

Ein reales magnetisches Kalorimeter besitzt neben dem Spinsystem noch weitere thermodynamische Systeme, wie z.B. das System der Phononen und das der Leitungselektronen. Die Legierung Au:Er besitzt selbst bei Temperaturen unter 50 mK eine Elektron-Spin-Relaxationszeit von $\tau < 1 \mu\text{s}$. Daher befinden sich bereits wenige Mikrosekunden nach der Absorption eines Röntgenquants das System der Elektronen und das der Spins annähernd im thermischen Gleichgewicht. Auf das Spinsystem entfällt somit der Bruchteil

$$\delta E_z = \frac{C_z}{C_z + C_e + C_{\text{ph}}} \delta E \quad (3.15)$$

der insgesamt im Detektor deponierten Energie δE . Die Größen C_z , C_e und C_{ph} repräsentieren darin die Wärmekapazität des Spinsystems, der Elektronen und der Phononen.

Die spezifische Wärme des Elektronensystems eines Metalls ist linear in der Temperatur und für Gold beträgt sie $c_e = \gamma T$, mit $\gamma = 7,29 \cdot 10^{-4} \text{ J}/(\text{mol K}^2)$ ([Kit93]). Bei einer Tempe-

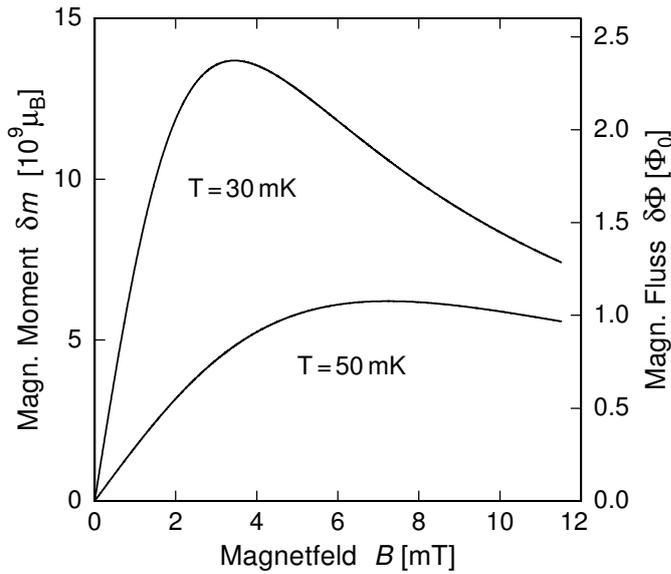


Abb. 3.5: Änderung des magnetischen Moments δm eines paramagnetischen Au:Er-Sensors bei der Absorption von 5,9 keV in einem Detektor, der bei der Temperatur $T = 50$ mK betrieben wird und einen Röntgenabsorber ($250 \times 250 \times 5 \mu\text{m}$) aus Gold besitzt. Die angenommene Er-Konzentration des Sensors beträgt 900 ppm. Er besitzt einen Durchmesser von $52 \mu\text{m}$ und eine Höhe von $6,5 \mu\text{m}$, und befindet sich in einem Magnetfeld von $B = 9$ mT.

ratur von 50 mK bedeutet dies für einen Röntgenabsorber aus Gold mit den Abmessungen $250 \times 250 \times 5 \mu\text{m}^3$ eine Wärmekapazität von 1,1 pJ/K.

Die im nächsten Kapitel durchgeführte Optimierungsrechnung wird zeigen, dass der optimale Temperatursensor in diesem Fall einen Durchmesser von $52 \mu\text{m}$ und eine Höhe von $6,5 \mu\text{m}$ besitzt. Er ist mit 900 ppm Erbium-Ionen dotiert. Die Wärmekapazität der Leitungselektronen des Sensors ist sehr viel geringer als die Wärmekapazität des Absorbers und beträgt 0,045 pJ/K.

Die spezifische Wärme des Gold-Gitters ist vergleichsweise gering. Die Debye-Temperatur von Gold beträgt $\Theta_D = 164$ K. Daher hat das Phononensystem bei tiefen Temperaturen eine spezifische Wärme von $c_{\text{ph}} = \beta T^3$, mit $\beta = 4,4 \cdot 10^{-4} \text{ J}/(\text{mol K}^4)$ ([Kit93]). Der oben genannte Röntgenabsorber hat somit eine phononische Wärmekapazität von 1,7 fJ/K. Diese ist etwa um drei Größenordnungen kleiner als die Wärmekapazität der Leitungselektronen und wird daher in der noch folgenden Diskussion vernachlässigt werden.

Die Aufnahme der Wärmekapazität der Elektronen des Absorbers und des Sensors in das Modell des Kalorimeters ändert das Verhalten des Detektorsignals auf grundlegende Weise. In Bild 3.5 ist die Änderung des magnetischen Moments des Temperatursensors, δm , bei der Absorption eines Röntgenquants der Energie 5,9 keV im gerade beschriebenen Detektor als Funktion des Magnetfeldes dargestellt. Die in diesem Beispiel gewählte Arbeitstemperatur des Detektors ist 30 mK bzw. 50 mK.

Das Detektorsignal nimmt in kleinen Magnetfeldern proportional zum Magnetfeld zu, da der Anteil der vom Spinsystem aufgenommenen Energie δE_z mit $C_z \propto B^2$ anwächst (siehe 3.15) und über 3.14 zu einer Signalgröße $\delta m = \delta E_z/B \propto B$ führt.

Bei größeren Magnetfeldern dominiert die Wärmekapazität des Spinsystems die Gesamtwärmekapazität des Kalorimeters, und das Spinsystem nimmt annähernd die gesamte im Detektor deponierte Energie auf. Die Größe des Detektorsignals ist daher durch 3.14 gegeben und nimmt zu großen Magnetfeldern hin zunächst invers proportional zum Magnetfeld ab. Im Limes sehr großer Magnetfelder nimmt die Wärmekapazität des Spin-

systems nach dem Durchlaufen der Schottky-Anomalie exponentiell ab. Die Signalgröße wird dadurch noch stärker reduziert.

Im Bereich mittlerer Magnetfelder durchläuft das Kalorimetersignal ein Maximum. Wie in Abbildung 3.5 zu sehen ist, hängt sowohl die Höhe des Maximums als auch das Magnetfeld bei dem es erreicht wird von der Arbeitstemperatur des Detektors ab. Eine einfache Rechnung zeigt, dass die Größe des Detektorsignals bei vorgegebener Arbeitstemperatur T und vorgegebener Geometrie in etwa bei dem Magnetfeld (B_{\max}) maximal ist, bei dem die Wärmekapazität des Spinsystems gleich der Wärmekapazität der restlichen Systeme des Detektors ist: $C_z(B_{\max}, T) = C_e(T)$.

Das magnetische Moment δm ist auf der linken Achse in Einheiten von Bohr'schen Magnetonen ($\mu_B = 9,27 \cdot 10^{-24} \text{ Am}^2$) angegeben. Beachtet man dabei, dass das Umklappen eines einzelnen Spins einer Änderung des magnetischen Moments von $\delta m = 6,8\mu_B$ entspricht, so erkennt man, dass die Absorption von $\delta E = 5,9 \text{ keV}$ zu etwa 10^9 Elementaranregungen führt. Statistische Variationen der Zahl der Elementaranregungen sollten sich daher nur in sehr geringem Maß auf die erreichbare Energieauflösung auswirken.

Eine weitere wichtige Größe ist die Änderung des magnetischen Flusses, die durch die Änderung des magnetischen Moments in der Leiterschleife eines Magnetometers verursacht wird. Die rechte Achse in Abbildung 3.2.1 gibt diese Flussänderungen in Einheiten des elementaren Flussquants $\Phi_0 = 2,07 \cdot 10^{-15} \text{ Vs}$ an. Dabei wurde für die Leiterschleife die in Kapitel 4 diskutierte Geometrie angenommen. Der Zusammenhang zwischen magnetischem Moment und magnetischem Fluss folgt in diesem Fall der einfachen Beziehung $\delta\Phi = 0,77\mu_0 r^{-1}\delta m$, wobei der Radius des Sensors den Wert $r = 26 \mu\text{m}$ besitzt.

Bei einer Arbeitstemperatur von 50 mK erzeugt die Energiedeposition von $\delta E = 5,9 \text{ keV}$ eine Flussänderung von bis zu $\delta\Phi \simeq 1\Phi_0$.⁵ Mit rauscharmen SQUID-Magnetometern können Signale dieser Größe mit großer Genauigkeit nachgewiesen werden.

3.3 Thermodynamische Beschreibung wechselwirkender magnetischer Momente

Das bisher formulierte Modell, in dem die paramagnetischen Ionen zwar mit dem äußeren Feld, nicht jedoch untereinander wechselwirken, würde für eine qualitative Beschreibung des Sensormaterials bereits genügen. Um eine quantitative Übereinstimmung zwischen Modell und Experiment erzielen zu können, ist es nötig, Wechselwirkungsmechanismen in das Modell zu integrieren. Zu diesen zählen, im Fall der seltenen Erden in Metallen, die Dipol-Dipol-Wechselwirkung und die RKKY-Wechselwirkung. Die direkte Austauschwechselwirkung zwischen den $4f$ -Elektronen der Erbiumionen sollte, aufgrund der kleinen räumlichen Ausdehnung der $4f$ -Schale ($R \simeq 0,3 \text{ \AA}$), vernachlässigbar sein.

⁵Hier wurde ein Energieeintrag von $\delta E = 5,9 \text{ keV}$ gewählt, da dieser Wert der Energie der $K\alpha$ -Linie von ^{55}Mn entspricht. Diese Liene wird häufig zur Charakterisierung von Röntgendetektoren eingesetzt.

3.3.1 Dipol-Dipol-Wechselwirkung

Die Wechselwirkung zweier paramagnetischer Ionen an den Orten \mathbf{r}_i und \mathbf{r}_j über ihr magnetisches Moment $\boldsymbol{\mu}$ geht in Form eines zusätzlichen Terms

$$H_{ij}^{\text{Dipol}} = \frac{\mu_0}{4\pi} \frac{1}{r_{ij}^3} \{ \boldsymbol{\mu}_i \cdot \boldsymbol{\mu}_j - 3(\boldsymbol{\mu}_i \cdot \hat{\mathbf{r}}_{ij})(\boldsymbol{\mu}_j \cdot \hat{\mathbf{r}}_{ij}) \} \quad (3.16)$$

in den Hamiltonoperator ein. Hier steht $\hat{\mathbf{r}}_{ij}$ für den Einheitsvektor in Richtung $\mathbf{r}_i - \mathbf{r}_j$ und r_{ij} ist der Abstand der betrachteten Momente. Aufgrund des isotropen Verhaltens des effektiven Landé-Faktors \tilde{g} im Γ_7 -Kramers-Doublett lässt sich 3.16 auch mittels der Quasi-Spins $\tilde{\mathbf{S}}_i$ und $\tilde{\mathbf{S}}_j$ formulieren:

$$H_{ij}^{\text{Dipol}} = \frac{\mu_0}{4\pi} (\tilde{g}\mu_B)^2 \frac{1}{r_{ij}^3} \left\{ \tilde{\mathbf{S}}_i \cdot \tilde{\mathbf{S}}_j - 3(\tilde{\mathbf{S}}_i \cdot \hat{\mathbf{r}}_{ij})(\tilde{\mathbf{S}}_j \cdot \hat{\mathbf{r}}_{ij}) \right\} . \quad (3.17)$$

Um den Vergleich mit der noch folgenden RKKY-Wechselwirkung zu erleichtern, soll hier abschließend der Betrag des Fermi-Wellenvektors der Elektronen in Gold, $k_F = 1,2 \cdot 10^{10} \text{ m}^{-1}$, ergänzt werden. Der Ausdruck 3.17 wird damit zu

$$H_{ij}^{\text{Dipol}} = \underbrace{\frac{\mu_0}{4\pi} (\tilde{g}\mu_B)^2 (2k_F)^3}_{\Gamma_{\text{Dipol}} = 0,0343 \text{ eV}} (\tilde{\mathbf{S}}_i \cdot \tilde{\mathbf{S}}_j) \frac{1 - 3(\tilde{\mathbf{S}}_i \cdot \hat{\mathbf{r}}_{ij})(\tilde{\mathbf{S}}_j \cdot \hat{\mathbf{r}}_{ij}) / (\tilde{\mathbf{S}}_i \cdot \tilde{\mathbf{S}}_j)}{(2k_F r_{ij})^3} . \quad (3.18)$$

Die Dipol-Dipol-Wechselwirkung ist anisotrop und hat auf der so definierten Längenskala eine Größe von $\Gamma_{\text{Dipol}} = 0,0343 \text{ eV}$, die mit zunehmender Entfernung wie $(2k_F r_{ij})^{-3}$ verschwindet.

3.3.2 RKKY-Wechselwirkung

Einer Idee von M. A. Rudermann und C. Kittel [Rud54] folgend, schlugen T. Kasuya [Kas56] und K. Yosida [Yos57] einen weiteren Wechselwirkungsmechanismus zwischen den lokalisierten $4f$ -Elektronen der magnetischen Ionen in Metallen vor. Dieser basiert auf der Austauschwechselwirkung der $4f$ -Elektronen eines einzelnen Seltenerdmetall-Ions mit den Elektronen des Leitungsbandes, welche eine *indirekte Austauschwechselwirkung* zwischen den magnetischen Ionen zur Folge hat. In Anlehnung an die Namen der vier Physiker wird diese indirekte Austauschwechselwirkung auch RKKY-Wechselwirkung genannt.

Ein geeigneter Ausgangspunkt für die mathematische Diskussion der indirekten Austauschwechselwirkung zweier $4f$ -Systeme an den Orten \mathbf{r}_i und \mathbf{r}_j ist ein Hamiltonian der Form

$$H = H_0 + H_1 , \quad (3.19)$$

mit

$$H_1 = \mathcal{J} \{ \mathbf{S}_i \cdot \mathbf{s}(\mathbf{r}_i) + \mathbf{S}_j \cdot \mathbf{s}(\mathbf{r}_j) \} . \quad (3.20)$$

Hier steht H_0 für die Energie der ungestörten Leitungsband- und $4f$ -Elektronen. \mathbf{S}_i und \mathbf{S}_j sind die *wahren Spins*⁶ der beiden $4f$ -Systeme, und $\mathbf{s}(\mathbf{r})$ ist der Spinoperator der freien

⁶Unter dem Begriff *wahrer Spin* wird hier der Gesamtspin \mathbf{S} eines Er-Ions verstanden, der zusammen mit dem Gesamtdrehimpuls \mathbf{L} über 3.23 den Gesamtdrehimpuls \mathbf{J} ergibt.

Elektronen. \mathcal{J} ist der Parameter, der die Stärke der Austausch-Wechselwirkung zwischen Leitungsband und lokalisierten Elektronen angibt. Er hat die Einheit einer Energie. Betrachtet man den Wechselwirkungsterm als kleine Störung, so lässt sich eine Störungsrechnung in \mathcal{J} durchführen.

In erster Ordnung ergibt sich eine Korrektur der Eigenfunktionen, die die bekannte, räumlich oszillierende Spinpolarisation beschreibt.

Das Ergebnis zweiter Ordnung ist eine Verschiebung der Energieeigenwerte. Da im Zuge der Rechnung alle Freiheitsgrade der Leitungselektronen ausintegriert werden, hat diese Korrektur die einfache Form

$$H_{ij}^{\text{RKKY}} = \mathcal{J}^2 \frac{4V_{\text{p}}^2 m_{\text{e}}^* k_{\text{F}}^4}{\hbar^2 (2\pi)^3} (\mathbf{S}_i \cdot \mathbf{S}_j) F(2k_{\text{F}} r_{ij}) , \quad (3.21)$$

mit der Kittel-Funktion

$$F(\rho) = \frac{\cos \rho - \frac{1}{\rho} \sin \rho}{\rho^3} , \quad (3.22)$$

wobei V_{p} das Volumen der primitiven Elementarzelle, m_{e}^* die effektive Masse der freien Elektronen des Wirtsmaterials, und \mathcal{J} die oben definierte Austauschenergie ist. In der Rechnung wurde davon ausgegangen, dass jedes Atom des Gitters *ein* Elektron an das Leitungsband abgibt, und dass für diese Elektronen eine quadratische Dispersionsrelation gilt.

Dieses Ergebnis muss nun noch in eine, für das hier betrachtete Γ_7 -Kramers-Doublett brauchbare Form gebracht werden. Im Fall der Er-Ionen in Gold ist der Gesamtbahndrehimpuls \mathbf{L} und der Gesamtspin \mathbf{S} stark gekoppelt und ergeben den Gesamtdrehimpuls \mathbf{J} . Selbst im Kristallfeld bleiben daher *innerhalb* des Multipletts mit $J = 15/2$ die Beziehungen

$$\mathbf{J} = \mathbf{L} + \mathbf{S} , \quad (3.23)$$

$$g_{\text{J}} \mathbf{J} = \mathbf{L} + 2\mathbf{S} \quad (3.24)$$

erhalten, und somit ergibt sich für die Projektion des Gesamtspins auf den Gesamtdrehimpuls

$$(g_{\text{J}} - 1) \mathbf{J} = \mathbf{S} . \quad (3.25)$$

Beachtet man des weiteren, dass aufgrund des isotropen, effektiven Landé-Faktors $\tilde{g} = 6,8$ *innerhalb* des Γ_7 -Kramers-Doublett für das magnetische Moment die Doppelidentität

$$g_{\text{J}} \mathbf{J} = \boldsymbol{\mu} = \tilde{g} \tilde{\mathbf{S}} \quad (3.26)$$

mit dem Quasi-Spin $\tilde{\mathbf{S}}$ existiert, so lässt sich 3.21 mit 3.25 und 3.26 auf die Form

$$H_{ij}^{\text{RKKY}} = \underbrace{\mathcal{J}^2 \frac{\tilde{g}^2 (g_{\text{J}} - 1)^2}{g_{\text{J}}^2} \frac{4V_{\text{p}}^2 m_{\text{e}}^* k_{\text{F}}^4}{\hbar^2 (2\pi)^3}}_{\Gamma_{\tilde{\mathbf{S}}}} (\tilde{\mathbf{S}}_i \cdot \tilde{\mathbf{S}}_j) F(2k_{\text{F}} r_{ij}) \quad (3.27)$$

bringen⁷. Die RKKY-Wechselwirkung nimmt auf diese Weise die Form eines Heisenberg-Spin-Hamiltonoperators für die Quasispins \tilde{S} an, wobei der Einfluss auf die Gesamtenergie durch

$$H^{\text{RKKY}} = \sum_{i>j} \Gamma_{\tilde{S}} F(2k_{\text{F}}r_{ij}) \tilde{\mathbf{S}}_i \cdot \tilde{\mathbf{S}}_j \quad (3.28)$$

gegeben ist. Im Gegensatz zur Dipol-Dipol-Wechselwirkung ist die RKKY-Wechselwirkung in dieser Näherung isotrop⁸ und zeigt aufgrund der Kittel-Funktion 3.22 ein räumlich oszillierendes Verhalten.

Da beide Wechselwirkungen proportional zu r_{ij}^{-3} abklingen, wird die Stärke der RKKY-Wechselwirkung in den noch folgenden Kapiteln relativ zur Dipol-Dipol-Wechselwirkung angegeben. Aus der Proportionalitätskonstante

$$\alpha := \frac{\Gamma_{\tilde{S}}}{\Gamma_{\text{Dipol}}} \quad (3.29)$$

lässt sich die Austauschenergie \mathcal{J} des zugrundeliegenden Wechselwirkungsprozesses extrahieren. Im hier betrachteten Fall der Erbiumionen in Gold lässt sich der Zusammenhang zwischen α und \mathcal{J} durch das Einsetzen der entsprechenden Größen⁹ in die Beziehungen 3.29, 3.27 und 3.18 auf den Ausdruck

$$\mathcal{J} \simeq \sqrt{\alpha} \, 0,145 \text{ eV} \quad (3.30)$$

reduzieren.

3.3.3 Numerische Berechnung der thermodynamischen Größen

Im Laufe der Entwicklung magnetischer Mikrokalorimeter wurden eine Reihe von numerischen Methoden entwickelt und eingesetzt, um die Wechselwirkung zwischen den magnetischen Momenten bei der Berechnung der thermodynamischen Größen zu berücksichtigen.

Zwei dieser Methoden beruhen auf dem Prinzip der Molekularfeld-Näherung, einem gängigen Verfahren für die Berechnung thermodynamischer Größen, falls das betrachtete System intrinsische Wechselwirkungsmechanismen besitzt. In dieser Näherung wird die Wirkung aller magnetischen Momente auf ein herausgegriffenes magnetisches Moment (*Aufspin*) durch ein zusätzliches effektives Magnetfeld, das sogenannte Molekularfeld beschrieben.

Die Methode mit dem geringsten Rechenaufwand verwendet dabei eine Verteilung der Molekularfelder, die von Walker und Walstedt [Wal77][Wal80] für magnetische Momente hergeleitet wurde, die zufällig auf einem *kontinuierlichen* Gitter verteilt sind. Sie gaben

⁷Der Weg von 3.21 nach 3.27 lässt sich auf Seite 496 in [Abr70], eingebettet in allgemeinere Zusammenhänge, wiederfinden.

⁸Dies folgt aus der einfachen Form von 3.20. Korrekturen zu dieser isotropen Form der RKKY-Wechselwirkung findet man bei T. A. Kaplan et al. [Kap63] und S. H. Liu [Liu61].

⁹Dabei wurde die effektive Elektronenmasse m_e^* gleich der Elektronenmasse m_e gesetzt. Für den Fermi-Wellenvektor der Elektronen in Gold wurde der Wert $k_{\text{F}} = 1,2 \cdot 10^{10} \text{ m}^{-1}$ verwendet.

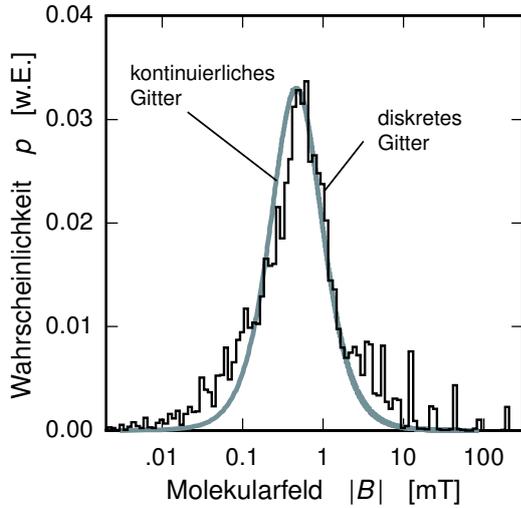


Abb. 3.6: Verteilung der Absolutwerte des Molekularfeldes für das Material Au:Er (300 ppm) im Grenzfall $k_B T \gg g\mu_B B$. Bei der Berechnung wurden bis zu 5 Nachbarspins in einer kugelförmigen Umgebung mit Radius $r = 7,5 \text{ \AA}$ um den Aufspin berücksichtigt. Für den Wechselwirkungsparameter der RKKY-Wechselwirkung wurde $\alpha = 1$ gewählt. Zusätzlich eingezeichnet ist die Verteilung, die sich für ein kontinuierliches Gitter ergibt [Wal77][Wal80].

diese Verteilung in Form eines analytischen Ausdrucks an, und zeigten, dass sie eine relativ gute Näherung für numerisch berechnete Molekularfelder auf einem diskreten Gitter darstellt. Der Algorithmus, mit dem die thermodynamischen Größen C und M aus dieser Verteilung berechnet werden können, wurde in [Ens00a] diskutiert. Da die auftretenden Molekularfelder nicht numerisch berechnet werden, ist diese Methode verhältnismäßig schnell. Wir werden daher im nächsten Kapitel noch einmal auf diese Berechnungen zurückkommen und dabei auch den analytischen Ausdruck für die Verteilung der Molekularfelder angeben. Ein Nachteil dieser Methode ist, dass sowohl die diskrete Natur des Kristallgitters, als auch die Dipol-Dipol-Wechselwirkung vernachlässigt werden.

Die zweite Methode (siehe [Sie97], [Fle98] und [Sch00]) berücksichtigte zwar die diskrete Natur des Kristallgitters, allerdings wurde die RKKY-Wechselwirkung auf eine Ising-Form, $\mathcal{H}_{ij} \propto S_{zi} S_{zj}$, reduziert, und die magnetische Dipol-Dipol-Wechselwirkung aus Gründen der Rechenzeit vernachlässigt. Bei der Berechnung der Verteilung der Molekularfelder werden $n < n_{\max} = 5$ Nachbarspins in einer kugelförmigen Umgebung mit Radius $r \simeq 7 \text{ \AA}$ um einen Aufspin auf die Gitterplätze verteilt. Für jede dieser Anordnungen und jede der $(2S + 1)^n = 2^n$ möglichen Spineinstellungen der Nachbarspins wird das effektive Molekularfeld am Ort des Aufspins berechnet. Die Wahrscheinlichkeit für das Auftreten einer solchen Konfiguration ist durch Boltzmann-Faktoren gegeben, die angeben, mit welcher Wahrscheinlichkeit eine bestimmte Spineinstellung der Nachbarspins bei einem äußeren Magnetfeld B und einer Temperatur T auftritt. Hierbei wird angenommen, dass in die Energieeigenwerte der Nachbarspins nur die Wechselwirkung mit dem äußeren Magnetfeld eingeht.

In Bild 3.6 ist die Verteilung der Molekularfelder dargestellt, die man auf diese Weise für das Material Au:Er (300 ppm) erhält. Der Wechselwirkungsparameter α , der die Stärke der RKKY-Wechselwirkung angibt, wurde hier willkürlich auf den Wert $\alpha = 1$ gesetzt. Die Energieniveaus der Nachbarspins wurden in diesem Beispiel als gleichbesetzt angenommen. Dies entspricht dem Fall $k_B T \gg g\mu_B B$. Man erkennt, dass die Verteilung der Molekularfelder ein ausgeprägtes Maximum besitzt, welches bei einem effektivem Magnet-

feld von etwa 0,5 mT liegt. Beachtet man dabei, dass die angenommene Konzentration von 300 ppm verhältnismäßig klein ist und der Wechselwirkungsparameter für Erbium in Gold den Wert $\alpha \simeq 5$ besitzt, so sieht man, dass die auftretenden Molekularfelder bei den betrachteten Temperaturen und äußeren Magnetfeldern nicht mehr als kleine Störung betrachtet werden können. Vor allem in kleinen Magnetfeldern und bei tiefen Temperaturen sind die Ergebnisse der Molekularfeldnäherungen daher zweifelhaft.

In beiden vorgestellten Molekularfeldnäherungen geht außerdem der kollektive Charakter der Wechselwirkung verloren, da jeweils ein einzelner Spin betrachtet wird, dessen Energieeigenwerte durch ein effektives Molekularfeld der benachbarten Spins verschoben werden. Für die Besetzungszahl der Nachbarspins wird dabei angenommen, dass sie nur durch die Wechselwirkung mit dem äußeren Magnetfeld und die Temperatur gegeben ist.

Numerische Diagonalisierung des Hamilton-Operators:

In Zusammenarbeit mit J. Schönefeld [Sch00] wurde daher eine weitere Methode entwickelt, um die Wechselwirkung der magnetischen Momente bei der Berechnung der thermodynamischen Größen zu berücksichtigen. Das Ziel war, die Wechselwirkung zwischen den magnetischen Momenten auf quantenmechanisch korrekte Art und Weise in die Rechnung einzubinden. Der Ablauf des Algorithmus soll nun kurz beschrieben werden.

Betrachtet wird ein würfelförmiger Gitterausschnitt, dessen Kantenlänge typischerweise zehn bis zwanzig Gitterkonstanten des fcc-Gitters von Gold entspricht. Durch den Einsatz von quasiperiodischen Randbedingungen wird dieser Gitterausschnitt in jeder Raumrichtung viermal wiederholt. Auf dem Gitterausschnitt werden $n \leq n_{\max} = 10$ Spins in zufälliger Anordnung verteilt. Die Häufigkeit der Konfigurationen mit genau n Spins hängt dabei von der betrachteten Konzentration und der Zahl der Anordnungsmöglichkeiten von n Spins auf dem betrachteten Gitterausschnitt ab. Die Größe des Gitterausschnitts wird für jede Konzentration so gewählt, dass die Wahrscheinlichkeit $n > n_{\max}$ Spins vorzufinden weniger als etwa 1% beträgt.

Für jede dieser Konfigurationen wird ein Hamilton-Operator in Matrixform aufgestellt. In diesen geht zum einen die Wechselwirkung der magnetischen Momente mit dem äußeren Feld ein. Zum anderen wird zwischen allen Spin-Paaren die RKKY-Wechselwirkung und die magnetische Dipol-Dipol-Wechselwirkung berücksichtigt.

Im Basissystem $|S_1, S_2, \dots, S_{n_{\max}}\rangle$ mit den Spineinstellungen $S_i \in \{|\uparrow\rangle, |\downarrow\rangle\}$ und $\mathbf{B} = (0, 0, B_z)$ nimmt der Hamilton-Operator zweier Spins \mathbf{S}_1 und \mathbf{S}_2 an den Orten \mathbf{r}_1 und \mathbf{r}_2 die folgende Form an:

$$\mathcal{H} = \mathcal{H}^{\text{Zeeman}} + \mathcal{H}^{\text{Dipol}} + \mathcal{H}^{\text{RKKY}}, \text{ mit} \quad (3.31)$$

$$\mathcal{H}^{\text{Zeeman}} = -\tilde{g}\mu_{\text{B}}(S_{z1} + S_{z2})B_z, \quad (3.32)$$

$$\mathcal{H}^{\text{Dipol}} = \frac{\mu_0}{4\pi} \frac{(\tilde{g}\mu_{\text{B}})^2}{r^3} \begin{pmatrix} -(3 \cos^2 \theta - 1) & (S_{z1}S_{z2} &) \\ +1/4 (3 \cos^2 \theta - 1) & (S_{+1}S_{-2} + S_{-1}S_{+2} &) \\ -3/2 \sin \theta \cos \theta & (S_{z1}S_{+2} + S_{z2}S_{+1} &) \\ -3/2 \sin \theta \cos \theta & (S_{z1}S_{-2} + S_{z2}S_{-1} &) \\ -3/4 \sin^2 \theta & (S_{+1}S_{+2} &) \\ -3/4 \sin^2 \theta & (S_{-1}S_{-2} &) \end{pmatrix}, \quad (3.33)$$

$$\mathcal{H}^{\text{RKKY}} = \alpha \frac{\mu_0}{4\pi} (\tilde{g}\mu_{\text{B}})^2 (2k_{\text{F}})^3 \left(S_{z1}S_{z2} + \frac{1}{2}(S_{+1}S_{-2} + S_{-1}S_{+2}) \right) F(\rho) \quad (3.34)$$

und

$$F(\rho) = \rho^{-3} \left(\cos(\rho) - \frac{\sin(\rho)}{\rho} \right), \quad \rho = 2k_{\text{F}}r. \quad (3.35)$$

Hier steht θ für den Winkel zwischen \mathbf{B} und $\hat{\mathbf{r}} = \frac{\mathbf{r}_2 - \mathbf{r}_1}{|\mathbf{r}_2 - \mathbf{r}_1|}$. Die Größen S_+ und S_- bezeichnen die bekannten Auf- und Absteigeoperatoren. Die Hamilton-Matrix hat den Rang 2^n und damit 2^{2n} Elemente¹⁰. Er soll aus Gründen der Übersichtlichkeit für nur zwei wechselwirkende magnetische Momente angegeben werden:

$$\mathcal{H} = \begin{pmatrix} |\uparrow\uparrow\rangle & |\uparrow\downarrow\rangle & |\downarrow\uparrow\rangle & |\downarrow\downarrow\rangle \\ -D_2 + \frac{1}{4}R + 2Z & -D_1 & -D_1 & -D_3 \\ -D_1 & +D_2 - \frac{1}{4}R & +D_2 + \frac{1}{2}R & +D_1 \\ -D_1 & +D_2 + \frac{1}{2}R & +D_2 - \frac{1}{4}R & +D_1 \\ -D_3 & +D_1 & +D_1 & -D_2 + \frac{1}{4}R - 2Z \end{pmatrix}, \quad (3.36)$$

mit den Variablen $Z = \underbrace{-\frac{1}{2}\tilde{g}\mu_{\text{B}}B_z}_{\text{Zeeman}}, \quad R = \underbrace{\alpha \frac{\mu_0}{4\pi} (\tilde{g}\mu_{\text{B}})^2 (2k_{\text{F}})^3 F(\rho)}_{\text{RKKY}} \quad \text{und}$

$$\underbrace{D_1 = \frac{3}{4} \frac{\mu_0}{4\pi} \frac{\tilde{g}\mu_{\text{B}}}{r^3} \cos \theta \sin \theta, \quad D_2 = \frac{1}{4} \frac{\mu_0}{4\pi} \frac{\tilde{g}\mu_{\text{B}}}{r^3} (3 \cos^2 \theta - 1), \quad D_3 = \frac{3}{4} \frac{\mu_0}{4\pi} \frac{\tilde{g}\mu_{\text{B}}}{r^3} \sin^2 \theta}_{\text{Dipol - Dipol}}.$$

Da das verwendete Sensormaterial in polykristalliner Form vorlag, wird auch die Richtung des äußeren Magnetfeldes, d.h. der Winkel θ , für jede Konfiguration zufällig festgelegt. Für jede Konfiguration und jeden Betrag des äußeren Magnetfeldes wird eine Hamilton-Matrix aufgestellt und die Energieeigenwerte durch numerische Diagonalisierung

¹⁰Jedes Element wird im Computer als Fließkommazahl mit 8 Byte Genauigkeit dargestellt. Bei 12 magnetischen Momenten ist der benötigte Speicherplatz für *eine* Hamilton-Matrix somit 128 MB. Jedes zusätzliche Moment vervierfacht diese Zahl.

berechnet¹¹. Aus den Energieeigenwerten können mit Hilfe der Gleichungen (3.6)-(3.8) die thermodynamischen Größen C , M , und $\partial M/\partial T$ für beliebige Temperaturen T berechnet werden. In einem letzten Schritt wird über die einzelnen Ergebnisse der betrachteten Konfigurationen gemittelt. Bei der Durchführung der Simulationsrechnungen hat sich herausgestellt, dass bei Temperaturen unter 20 mK und Er-Konzentrationen über 1000 ppm mindestens 10000 unterschiedliche Konfigurationen berechnet werden müssen, um stabile Ergebnisse zu erhalten.

Zwei abschließende Bemerkungen seien hier noch angebracht:

Prinzipiell ist es möglich, dass die Stärke der RKKY-Wechselwirkung durch eine endliche Kohärenzlänge λ der Spinpolarisation der Leitungselektronen reduziert wird. Der Hamilton-Operator der RKKY-Wechselwirkung würde in diesem Fall einen zusätzlichen Faktor $e^{-r/\lambda}$ enthalten, der hier nicht berücksichtigt wurde. Im Sensormaterial Au:Er sollte dieser Effekt jedoch nur eine untergeordnete Rolle spielen. Messungen des spezifischen Widerstands ergaben $\rho = 6,7 \cdot 10^{-6} \Omega\text{m/ppm}$ [Ara66][Edw68]. Bei einer Konzentration von 300 ppm ergibt sich für die freie Weglänge der Elektronen somit ein Wert von etwa 4000 Å. Dieser Wert ist um mehr als zwei Größenordnungen größer als der mittlere Abstand der Erbium-Ionen bzw. die Längenskala auf der die RKKY-Wechselwirkung eine merkliche Größe besitzt. Der Effekt kann daher in guter Näherung vernachlässigt werden.

Da in den Berechnungen aufgrund der eingesetzten Algorithmen zur numerischen Diagonalisierung nur eine verhältnismäßig kleine Anzahl ($n < 12$) von magnetischen Momenten berücksichtigt werden konnte, ist nicht zu erwarten, dass die Ergebnisse das Verhalten des paramagnetischen Materials nahe am Spinglas-Übergang gut wiedergeben. Im hier betrachteten Temperaturbereich, der typischerweise um etwa eine Größenordnung über der Spinglastemperatur liegt, sollten die Ergebnisse die thermodynamischen Eigenschaften des Sensormaterials jedoch in guter Näherung beschreiben.

3.3.4 Theoretische Beschreibung von gemessenen thermodynamischen Eigenschaften

Der gerade beschriebene Algorithmus, der auf der Diagonalisierung der Hamilton-Operators basiert, soll in Kapitel 4 für die Berechnung eines optimalen Detektordesigns eingesetzt werden. Daher wollen wir nun überprüfen, inwiefern der Algorithmus in der Lage ist, die gemessenen thermodynamischen Eigenschaften des Materials Au:Er zu beschreiben.

Wir betrachten dazu Messungen, die an einer Au:Er-Probe mit einer Er-Konzentration von 300 ppm durchgeführt wurden. Der verwendete Aufbau wurde in [Fle98], [Sol99] und [Hor99] ausführlich diskutiert, und wird hier nur kurz beschrieben. Die betrachtete Probe ist über eine dünne Klebstoff-Schicht (GE-7031) mit einem Probenhalter aus Kupfer verbunden, der mit der kalten Plattform eines ³He/⁴He-Verdünnungskryostaten verschraubt ist. Um die zylindrische Probe mit einem Durchmesser von 0,38 mm und einer Länge von 0,65 mm ist eine supraleitende Detektionsspule mit 16 Windungen gewickelt, die supra-

¹¹Es wurden eine Householder-Reduktion und daran anschließend der QL -Algorithmus der Numerical Recipes angewendet.[Pre92]

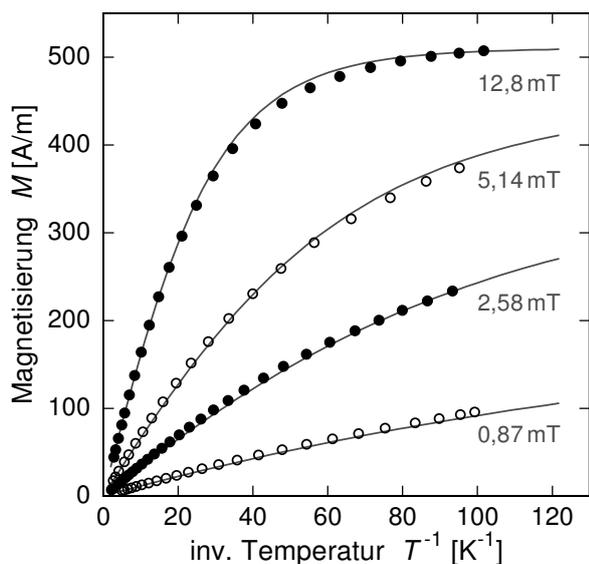


Abb. 3.7: Gemessene Magnetisierung einer Au:Er (300 ppm) Probe in Abhängigkeit von der inversen Temperatur für vier äußere Magnetfelder (Punkte). Die durchgezogenen Linien geben Berechnungen mit der Methode der 'numerischen Diagonalisierung' wieder. Dabei wurde für die RKKY-Wechselwirkung ein Wechselwirkungsparameter von $\alpha = 5$ angenommen.

leitend mit der Einkoppelspule eines dc-SQUID-Magnetometers verbunden ist. Als Messsignal dient dabei der magnetische Fluss im SQUID-Magnetometer. Dieser ist proportional zum magnetischen Moment der Probe. Der auftretende Proportionalitätsfaktor ist dabei durch die Geometrie der Probe, der Spulen und des SQUIDs gegeben [Fle98]. Der Aufbau befindet sich im Zentrum einer weiteren Spule, mit der am Ort der Probe ein äußeres Magnetfeld von bis zu 15 mT erzeugt werden kann. Zusätzlich kann die Probe während der Messung mit Röntgenquanten einer vorgegebenen Energie beaufschlagt werden. In den hier diskutierten Messungen wird dazu eine ^{57}Co -Quelle eingesetzt, die bei $E = 122 \text{ keV}$ eine dominante Linie besitzt.

Wir betrachten zunächst die gemessene Magnetisierung der paramagnetischen Probe. Sie ist in Abbildung 3.7 für vier Magnetfelder gegenüber der inversen Temperatur aufgetragen (Punkte). Bei hohen Temperaturen beobachtet man das erwartete Curie-Verhalten, d.h. die Magnetisierung ist proportional zu $1/T$. In großen Magnetfeldern und bei niedrigen Temperaturen zeigt die Magnetisierung das erwartete Sättigungsverhalten. Allerdings liegt der maximal erreichte Wert der Magnetisierung etwa 10% unter dem Sättigungswert wechselwirkungsfreier magnetischer Momente. Der Einfluss der Wechselwirkung lässt sich am besten in kleinen Magnetfeldern beobachten ($B = 0,87 \text{ mT}$). Extrapoliert man den Verlauf der Magnetisierung bei hohen Temperaturen linear zu niedrigen Temperaturen, so sieht man, dass die Werte der Magnetisierung bei den tiefsten betrachteten Temperaturen durch die Wechselwirkung um etwa 30% reduziert werden. Abbildung 3.7 zeigt neben den gemessenen Daten auch die Ergebnisse der Berechnung der Magnetisierung mit Hilfe der numerischen Diagonalisierung des Hamilton-Operators. Bei der Anpassung der Theorie an die gemessenen Daten stellt sich heraus, dass die beste Übereinstimmung für einen Wechselwirkungsparameter $\alpha = 5$ gefunden wird. Die berechneten Werte der Magnetisierung hängen dabei stark genug vom Wechselwirkungsparameter α ab, dass die Stärke der RKKY-Wechselwirkung auf $\Delta\alpha \simeq 0,5$ genau bestimmt werden könnte. Betrachtet man jedoch die Übereinstimmung zwischen Theorie und Experiment bei hohen Feldern, so sieht

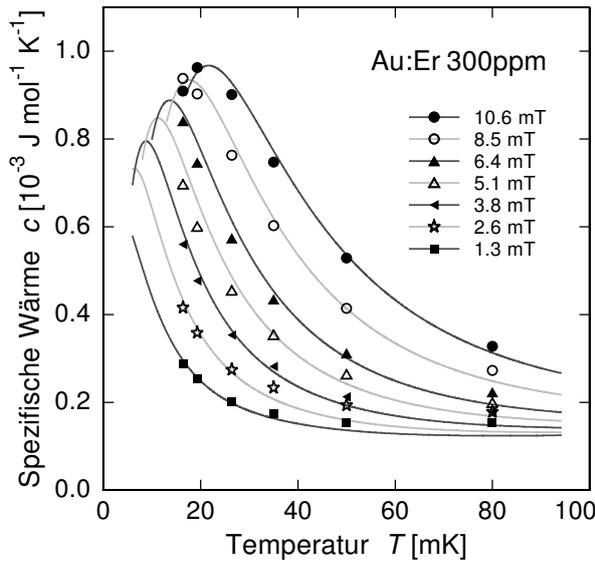


Abb. 3.8: Gemessene Wärmekapazität einer Au:Er (300 ppm) Probe in Abhängigkeit von der Temperatur für vier äußere Magnetfelder (Punkte). Die durchgezogenen Linien geben Berechnungen mit der Methode der 'numerischen Diagonalisierung' wieder. Dabei wurde für die RKKY-Wechselwirkung ein Wechselwirkungsparameter von $\alpha = 5$ angenommen.

man, dass das beobachtete Sättigungsverhalten nicht vollends durch die Berechnungen beschrieben werden kann. Die auftretenden Abweichungen werden vermutlich durch die folgenden beiden Effekte bewirkt:

Zum einen bestand das verwendete Erbium zu 2,8% aus dem Isotop ^{167}Er , welches einen Kernspin von $I = 7/2$ besitzt und ein komplizierteres Energieniveau-Schema besitzt (siehe Abschnitt 3.4). Die Sättigungsmagnetisierung dieses Anteils wird erst bei tieferen Temperaturen erreicht. Zum anderen deformiert die supraleitende Detektionsspule das Magnetfeld am Ort der Probe. In [Gör01] wurde durch Finite-Elemente-Berechnungen gezeigt, dass die Magnetfelder für die gewählte Geometrie im Probenvolumen über einen Bereich von 10% bis 15% des äußeren Magnetfeldes verteilt sind. Der erwartete Verlauf der Magnetisierung in dieser Situation ist nur schwer von dem Einfluss einer Wechselwirkung zwischen den Erbium Ionen zu trennen. Der wahre Wechselwirkungsparameter könnte daher einen kleineren Wert besitzen. Mit den gemessenen Magnetisierungen sind daher Werte zwischen $\alpha = 3,5$ und $\alpha = 5$ verträglich.

Abbildung 3.8 zeigt die gemessene spezifische Wärme derselben Probe. Diese kann aus der Größe des Detektorsignals δM unmittelbar nach der Absorption eines Röntgenquants bekannter Energie δE ermittelt werden. Aus der Änderung der Magnetisierung δM kann die Temperaturänderung $\delta T = \delta M (\partial M / \partial T)^{-1}$ und somit die Wärmekapazität $C = \delta E / \delta T$ berechnet werden.

Wie erwartet zeigt die gemessene spezifische Wärme den Verlauf einer Schottky-Anomalie. Die beobachtete Breite ist jedoch etwa zweimal größer als im wechselwirkungsfreien Fall (vergleiche Abb. 3.3). Bei der Anpassung der theoretischen Berechnungen an die gemessenen Daten erhält man ebenfalls die beste Übereinstimmung für einen Wechselwirkungsparameter von $\alpha = 5$. Aber auch hier gelten die oben gemachten Anmerkungen, und der wahre Wechselwirkungsparameter der RKKY-Wechselwirkung zwischen Er-Ionen in Gold könnte einen Wert zwischen $\alpha = 3,5$ und $\alpha = 5$ besitzen.

Für eine genauere Untersuchung der RKKY-Wechselwirkung zwischen Erbium-Ionen in

Gold müsste zum einen die Geometrie des Aufbaus so gewählt werden, dass der Durchmesser der supraleitenden Detektionsspule deutlich größer als der Probendurchmesser ist. Die dabei auftretende Reduktion der Empfindlichkeit des Aufbaus gegenüber Energieeinträgen könnte durch den Einsatz von alternativen Heizmethoden kompensiert werden. Statt der Röntgenquanten könnten z.B. Lichtpulse einer Leuchtdiode mit variabler Pulsenergie verwendet werden. Zum anderen müsste der Anteil des Isotops ^{167}Er weiter reduziert werden, oder ein Weg gefunden werden, ihn in die Berechnung der thermodynamischen Größen zu integrieren.

Für die Beschreibung der Eigenschaften des Sensormaterials werden wir im Rest dieser Arbeit von einem Wechselwirkungsparameter von $\alpha = 5$ ausgehen. Dies erscheint aus drei Gründen sinnvoll: *i*) Die Berechnungen mit $\alpha = 5$ beschreiben die gemessenen Daten sowohl qualitativ als auch quantitativ überaus gut. *ii*) Um die Signalgröße eines magnetischen Kalorimeters zu optimieren (siehe Kapitel 4) ist es vorteilhaft, die supraleitende Detektionsspule sehr dicht am paramagnetischen Sensor anzubringen. In typischen Detektorgeometrien variiert der Betrag des Magnetfeldes im Sensorvolumen daher um etwa 10% bis 15%, wie es auch hier der Fall war. *iii*) Das verwendete Erbium war bereits angereichert auf das Isotop ^{166}Er um den natürlichen Anteil von ^{167}Er zu reduzieren. Die Isotopenanreicherung von Seltenerdmetallen ist technisch sehr aufwendig. Daher ist es nicht sehr wahrscheinlich, dass der ^{167}Er -Anteil in zukünftigen Messungen weiter gesenkt werden kann.

3.4 Das Isotop ^{167}Er

Die natürliche Isotopenzusammensetzung von Erbium beinhaltet neben kernspinlosen Isotopen auch das Isotop ^{167}Er , das einen Kernspin von $I = 7/2$ besitzt. Dieses Isotop ist mit einem Anteil von 23% sogar relativ häufig in der natürlichen Zusammensetzung vertreten (siehe Tabelle 3.1). Bei der Betrachtung der thermodynamischen Eigenschaften zeigt sich, dass der zusätzliche Freiheitsgrad, der durch den Kernspin gegeben ist, im Temperaturbereich unter 100 mK sowohl die Magnetisierung, als auch die Wärmekapazität von Au:Er stark beeinflusst.

Isotop	Anteil [%]	Kernspin
^{162}Er	0.14	0
^{164}Er	1.61	0
^{166}Er	33.6	0
^{167}Er	22.9	$\frac{7}{2}$
^{168}Er	26.8	0
^{170}Er	14.9	0

Tab. 3.1: Natürliche Isotopenzusammensetzung des Elements Erbium (Er). Aufgeführt sind die stabilen Isotope, deren relativer Anteil und deren Kernspin.

Das System der $^{167}\text{Er}^{3+}$ -Ionen in Gold wurde von M. E. Sjöstrand und G. Seidel in ESR-Messungen untersucht ([Sjö75]). Sie fanden eine Hyperfein-Kopplungskonstante von

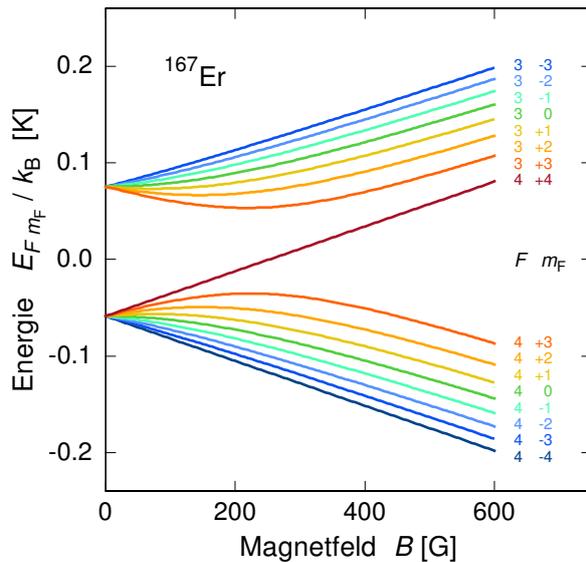


Abb. 3.9: Energieeigenwerte im hyperfein-aufgespalteten Γ_7 -Kramers-Doublett, geordnet nach dem Gesamtdrehimpuls F und dessen z -Komponente m_F . Bemerkenswert ist die große Nullfeld-Aufspaltung von ca. $140 \text{ mK} \cdot k_B$.

$A = -0,0335 \text{ K} \cdot k_B$ und einen hyperfeinverstärkten g -Faktor des Kerns von $g_N = -29$. Damit können die Energieeigenwerte des Systems als Funktion des Magnetfeldes berechnet werden. Abbildung 3.9 zeigt das Ergebnis dieser Berechnung.

In kleinen Feldern existieren zwei Gruppen von Energieniveaus mit den Gesamtdrehimpulsquantenzahlen $F = 4$ bzw. $F = 3$. Innerhalb jeder dieser Gruppen nimmt die Energieaufspaltung benachbarter Niveaus linear mit dem Magnetfeld zu, wobei die auftretenden Energiedifferenzen jedoch nur etwa $1/8$ der Energieaufspaltung des im letzten Abschnitt diskutierten Zwei-Niveau-Systems des kernspinlosen Er-Ions entspricht.

Die beiden Gruppen von Energieniveaus sind durch die bemerkenswert große Hyperfeinaufspaltung von ca. $140 \text{ mK} \cdot k_B$ von einander getrennt. Um den Einfluss der Hyperfeinaufspaltung auf die Größe des Detektorsignals zu verstehen, ist es hilfreich, den Prozess der Signalentstehung im folgenden, vereinfachten Modell zu betrachten: Angenommen die im Sensormaterial absorbierte Energie könnte ausschließlich vom System der ^{167}Er -Ionen aufgenommen werden, so entspräche diese Energieaufnahme einer Umbesetzung der Energieniveaus zu höherliegenden Energieniveaus hin. Geschehen diese Anregungen *innerhalb* einer der beiden oben genannten Gruppen von Energieniveaus, so ist damit eine Änderung der Ausrichtung der magnetischen Momente verbunden. Der Energieeintrag führt auf diese Weise zu einer Magnetisierungsänderung und damit zu einem Messsignal. Ganz anders verhalten sich die Anregungen von einem Energieniveau der unteren Gruppe auf eines der oberen Gruppe. Mit diesen Übergängen ist nicht zwingend eine Magnetisierungsänderung verknüpft. Auf diesem Weg ist es dem ^{167}Er -System also möglich Energie aufzunehmen, ohne zum Detektorsignal beizutragen. In welchem Temperaturbereich sich dieser Signalverlust auswirkt, wird die Betrachtung der Wärmekapazität des ^{167}Er -Systems zeigen.

Abbildung 3.10 zeigt die gemessene spezifische Wärme des Materials Au:Er (480 ppm) in Abhängigkeit von der Temperatur für fünf verschiedene Magnetfelder. Zur Herstellung der Probe wurde Erbium in seiner natürlichen Isotopenzusammensetzung verwendet. Insbesondere bei den Messwerten in kleinen Magnetfeldern beobachtet man zwei Maxima in

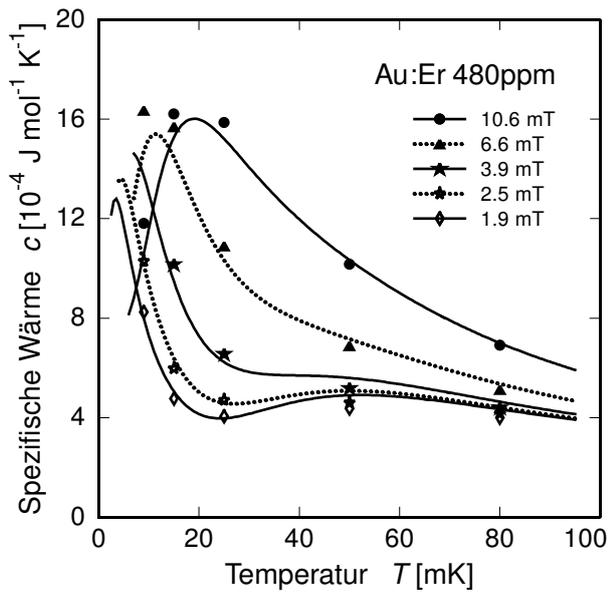


Abb. 3.10: Gemessene spezifische Wärme von Au:Er (480 ppm) in Abhängigkeit von der Temperatur für fünf verschiedene Magnetfelder. Das verwendete Erbium lag in der natürlichen Isotopenzusammensetzung vor. Die eingezeichneten Linien geben Ergebnisse einer Molekularfeld-Näherung an.

der spezifischen Wärme. Das Maximum bei kleinen Temperaturen geht auf Anregungen innerhalb Multipletts mit $F = 4$ und auf die kernspinlosen Isotope zurück. Die Temperatur, bei der dieses Maximum erreicht wird, ist nahezu proportional zum Magnetfeld, da die entsprechenden Zeeman-Aufspaltungen in etwa linear mit dem Magnetfeld zunehmen. Im Gegensatz dazu ist das Maximum, das man bei einer Temperatur von $T = 55$ mK beobachtet, nahezu unabhängig vom Magnetfeld. Es wird von Anregungen zwischen den beiden Multipletts mit $F = 4$ und $F = 3$ des Isotops ^{167}Er erzeugt. In kleinen Magnetfeldern und bei Temperaturen um 50 mK dominiert dieser Beitrag die spezifische Wärme des Materials nahezu vollständig. Selbst in einem Magnetfeld von $B \simeq 10$ mT ist sein Anteil noch etwa 50%. Da die zugehörigen Anregungen nur wenig zum Detektorsignal beitragen, wird die Signalgröße in diesem Temperaturbereich stark reduziert.

Technisch gesehen ist der Temperaturbereich zwischen 30 mK und 100 mK für den Betrieb der Detektoren besonders interessant, weil er mit heutigen Kühlmethoden unter vertretbarem Aufwand erreicht werden kann. Verwendet man das Material Au:Er als Temperatursensor, so sollte man das Isotop ^{167}Er aus der Isotopenzusammensetzung von Erbium entfernen.

In der vorliegenden Arbeit wurde bei der Herstellung der Au:Er-Legierungen daher angereichertes Erbium eingesetzt¹². Die Isotopenzusammensetzung wurde vom Hersteller wie folgt angegeben: ^{166}Er (95,3%); ^{167}Er (2,8%); ^{164}Er , ^{168}Er , ^{170}Er (Rest).

3.5 Thermalisierungsverhalten

3.5.1 Signalanstieg

Betrachtet man das kalorimetrische Messprinzip, also die Bestimmung einer Temperaturänderung als Maß für den Energieeintrag, so scheinen Metalle, aufgrund ihrer relativ

¹²Lieferant: Oak Ridge National Laboratory, Oak Ridge, TE 37831, USA

großen Wärmekapazität bei tiefen Temperaturen, als Wirtsmaterial ungeeignet zu sein. Messungen an dielektrischen, paramagnetischen Proben (Bühler et al. [Büh93]) zeigten jedoch, dass die in derartigen Materialien erreichbaren Signalanstiegszeiten sehr lang sind. Dies erklärt sich durch die schwache Kopplung zwischen dem Phononensystem und dem System der magnetischen Momente im äußeren Feld (im folgenden auch *Zeeman-System* genannt).

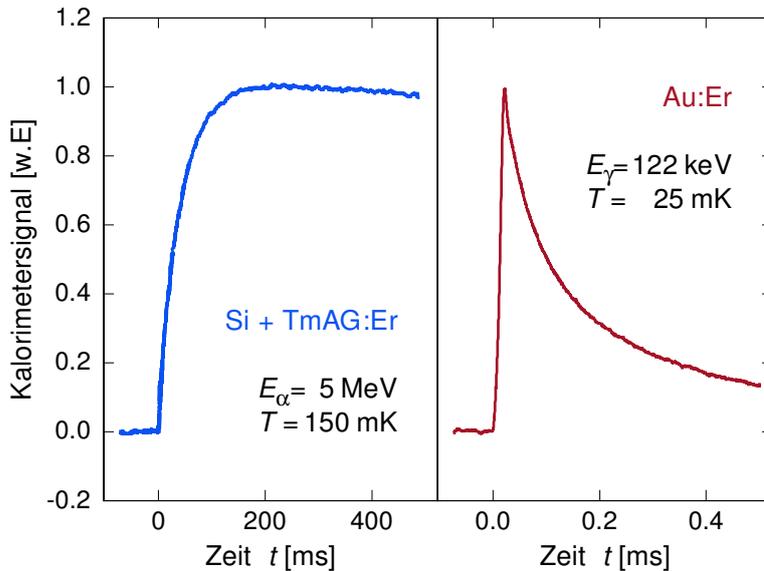


Abb. 3.11: Signalverlauf nach der Absorption eines energiereichen α -Teilchens (5 MeV) bzw. Photons (122 keV) im Detektor. Verwendetes Sensormaterial: TmAG:Er (links) [Büh93], Au:Er (rechts). Man beachte die unterschiedlichen Zeitskalen.

Bild 3.11 vergleicht die Relaxationszeiten, die in dem dielektrischen Material TmAG:Er auftreten¹³, mit denen des metallischen Systems Au:Er. In beiden Teilbildern ist der zeitliche Verlauf der Änderung des magnetischen Flusses im Magnetometer dargestellt, der mit der Magnetisierungsänderung des Sensors aufgrund eines Energieeintrags einhergeht. An diesem Beispiel sieht man, dass für den Bau eines Röntgendetektors metallische Wirtsmaterialien aufgrund der guten Kopplung zwischen Leitungselektronen und lokalisierten magnetischen Momenten vorteilhaft sind.

Wir wollen nun den Signalanstieg in einem metallischen magnetischen Mikrokalorimeter etwas detaillierter betrachten. Es sei hier jedoch angemerkt, dass die Umwandlung eines Röntgenquants in thermische Anregungen eines Metalls bei tiefen Temperaturen in der Literatur nur wenig diskutiert wurde. Eine vorwiegend auf theoretischen Argumenten basierende Diskussion der auftretenden Prozesse wurde in [Ens00a] dargestellt. Die Reihenfolge der dominanten Prozesse soll hier kurz beschrieben werden. Wir wollen dabei einen Detektor betrachten, der einen 'großflächigen' Röntgenabsorber aus reinem Gold ($250 \mu\text{m} \times 250 \mu\text{m} \times 5 \mu\text{m}$) besitzt, an dessen Rückseite ein zylindrischer Au:Er-Sensor mit

¹³Der experimentelle Aufbau zu der hier gezeigten Messung an TmAG:Er enthält einen zusätzlichen Absorber aus Silizium, auf den der paramagnetische Temperatursensor geklebt ist. Der Energieeintrag wird durch die Absorption eines α -Teilchens im Silizium verursacht. Aus den in [Büh93] gezeigten Daten geht jedoch hervor, dass die in Bild 3.11 gezeigte Signalanstiegszeit tatsächlich auf die Spin-Gitter-Relaxationszeit zurückzuführen ist und nicht der Kopplung zwischen Absorber und Temperatursensor entspricht.

einem Durchmesser von etwa $50\ \mu\text{m}$ angebracht ist.

Bei der Absorption eines Röntgenquants im Absorber wird zunächst mit großer Wahrscheinlichkeit über den Photoeffekt ein hochenergetisches Elektron erzeugt, welches seine Energie über Elektron-Elektron-Streuung in kurzer Zeit auf weitere Elektronen verteilt. Nach etwa $10^{-13}\ \text{s}$ hat die mittlere Energie der athermischen Elektronen auf etwa $0,1\ \text{eV}$ abgenommen. Bei dieser Energie ist die Erzeugung hochfrequenter Phononen der dominante Beitrag zum Energieverlust der athermischen Elektronen [Ens00a]. Die hochfrequenten Phononen thermalisieren ihrerseits durch Anregung thermischer Elektronen aus dem See der Leitungselektronen. Die Energieverteilung der athermischen Anregungen nähert sich dabei weiter dem thermischen Gleichgewicht, wobei ein Großteil der eingetragenen Energie wieder ins System der Leitungselektronen zurückkehrt, da die elektronische Wärmekapazität bei Temperaturen unter $1\ \text{K}$ sehr viel größer ist als die Wärmekapazität der Phononen. Die absorbierte Energie ist zu diesem Zeitpunkt auf einen Volumenbereich mit einer Ausdehnung von wenigen Mikrometern verteilt. Da sich die Systeme lokal nahezu in einem thermischen Gleichgewicht befinden, kann die restliche Thermalisierung durch Diffusionsgleichungen beschrieben werden. Die Zeitskala hierfür wird vor allem durch die Abmessungen des Absorbers und die vorhandenen Gitterdefekte (Korngrenzen, Verunreinigungen) bestimmt. Verwenden wir das Wiedemann-Franz-Gesetz zur Abschätzung der Wärmeleitfähigkeit und eine verhältnismäßig niedrige elektrische Leitfähigkeit von $6,6 \cdot 10^{-7}\ \Omega\text{cm}$,¹⁴ so erhalten wir für die Wärmeleitfähigkeit einen Wert von $\Lambda \simeq 0,2\ \text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$. Für die hier angenommene Detektorgeometrie bedeutet dies, dass die eingetragene Energie nach etwas weniger als $10^{-7}\ \text{s}$ gleichmäßig über die Leitungselektronen des Detektors verteilt ist.

Die magnetischen Momente des Sensormaterials reagieren auf diese Temperaturerhöhung der Leitungselektronen mit einer Relaxationszeit τ , die sich aus der Korringa-Relation $\tau T = \kappa$ berechnen lässt. Messungen der ESR¹⁵-Linienbreite von Au:Er bei Temperaturen unter $1\ \text{K}$ ergaben eine Korringa-Konstante von $\kappa = 7 \cdot 10^{-9}\ \text{Ks}$ [Sjö75]. Nehmen wir an, dass der betrachtete Detektor bei einer Temperatur von $T = 50\ \text{mK}$ betrieben wird, so ergibt sich für die Relaxationszeit der magnetischen Momente ein Wert von $\tau \simeq 1,5 \cdot 10^{-7}\ \text{s}$.

Diese überaus kurze Anstiegszeit des Signals macht das Konzept der magnetischen Kalorimeter zu einem vielversprechenden Kandidaten unter der hochauflösenden Tieftemperaturdetektoren mit hoher Zählrate.

¹⁴Dieser Werte wurde an aufgedampften, $300\ \text{nm}$ dicken Gold-Filmen bei Temperaturen unter $100\ \text{mK}$ gemessen [Kim03] Die Wärmeleitfähigkeit dieser Filme wurde ebenfalls bestimmt und zeigt gute Übereinstimmung mit den Vorhersagen des Wiedemann-Franz-Gesetzes. Die gemessene elektrische Leitfähigkeit entspricht einem verhältnismäßig kleinen Restwiderstandsverhältnis von $\rho_{300\ \text{K}}/\rho_{4\ \text{K}} = 3,3$, wie es typisch ist für aufgedampfte Metallfilme. Diese Art der Herstellung führt zu einer relativ hohen Dichte von Korngrenzen.

¹⁵ESR: Elektronenspin-Resonanz

3.5.2 Abklingen des Signals

Nach der bisherigen Diskussion der thermodynamischen Eigenschaften des Detektors würde man erwarten, dass das Detektorsignal nach dem schnellen Anstieg zum Maximalwert einer einfachen Exponentialfunktion $e^{-t/\tau}$ folgend wieder zur Temperatur des Wärmebads hin relaxiert. Die Zeitkonstante $\tau \simeq C/G_{\text{eb}}$ wäre dabei durch die Wärmekapazität des Detektors C und die Wärmeleitfähigkeit G_{eb} zwischen den Leitungselektronen des Detektors und dem Wärmebad gegeben. Bei Temperaturen über $T = 50 \text{ mK}$ lässt sich das Verhalten des Detektors auch tatsächlich in guter Näherung in diesem Modell beschreiben.

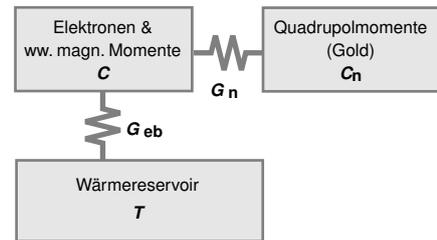
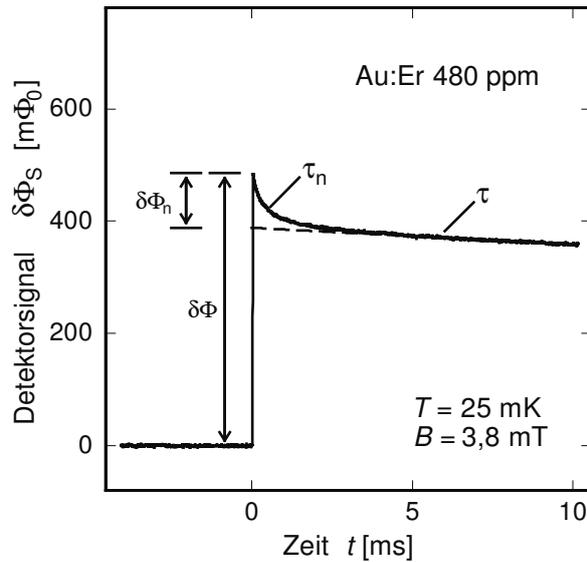


Abb. 3.12: Links: Detektorsignal bei der Absorption eines Photons (122 keV) in einem Au:Er-Sensor bei einer Temperatur von $T = 25 \text{ mK}$ und einem Magnetfeld von $B = 3,8 \text{ mT}$. Oben: Thermisches Modell des Sensors zur Erklärung der Signalform.

Bei tieferen Temperaturen lässt sich das beobachtete Thermalisierungsverhalten jedoch nicht mehr mit nur einer Relaxationszeit τ beschreiben. Es kommt eine weitere Relaxationszeit hinzu, die wir mit τ_n bezeichnen wollen. In Abbildung 3.12 ist der Signalverlauf eines Detektors dargestellt, dessen Zeitkonstante τ für die Relaxation zur Badtemperatur hin durch eine besonders schwache thermische Ankopplung absichtlich besonders lang eingestellt wurde. Es lässt sich unschwer erkennen, dass die maximal erreichte Signalgröße $\delta\Phi$ zunächst mit einer Zeitkonstante τ_n um $\delta\Phi_n$ abnimmt, bevor das System mit der erwarteten Zeitkonstante τ zur Badtemperatur relaxiert.

Untersuchungen des Thermalisierungsverhaltens in Abhängigkeit von Temperatur und Magnetfeld haben gezeigt, dass sich das Verhalten gut mit der Annahme eines zusätzlichen thermodynamischen Systems innerhalb des Sensormaterials beschreiben lässt [Fle98] [Hor99] [Gör01]. Das entsprechende thermische Modell des Materials ist in Abbildung 3.12 (rechts) dargestellt. Es konnte gezeigt werden, dass die Wärmekapazität C_n dieses Systems zu tiefen Temperaturen hin ungefähr invers proportional zur Temperatur zunimmt. Die mikroskopische Natur der zugrundeliegenden Freiheitsgrade war zunächst unbekannt. Durch die im Folgenden kurz beschriebenen Experimente konnte jedoch gezeigt werden, dass die bei tiefen Temperaturen auftretende Wärmekapazität mit großer Wahrscheinlichkeit von den Kernen der Gold-Matrix in der Umgebung der Er^{3+} -Ionen hervorgerufen wird.

Die natürliche Isotopenzusammensetzung von Gold besteht zu nahezu 100% aus dem Isotop ^{197}Au , das einen Kernspin von $3/2$ und ein Kern-Quadrupolmoment von $0,547$ barn besitzt [Wea82]. In reinem Gold sind die Energie-Eigenwerte der Kerne wegen der kubischen Symmetrie der Gold-Matrix entartet, und man beobachtet keine zusätzlichen Beiträge zur Wärmekapazität. Durch das Dotieren der Gold-Matrix mit Er^{3+} -Ionen wird die kubische Symmetrie in der Umgebung der eingebrachten Ionen auf zwei Weisen gestört. Zum einen weicht die Größe der Er^{3+} -Ionen von der Größe der Au-Ionen ab. Dies führt zu einer Verzerrung des fcc-Gitters in ihrer Umgebung. Zum anderen ist die *formale Ladung*¹⁶ der Er^{3+} -Ionen größer als die der Au^+ -Ionen der Matrix. Beide Effekte führen zu einem elektrischen Feldgradienten am Ort der Gold-Kerne, und somit zur Aufhebung der Entartung der Energie-Eigenzustände. In elektronenreichen Atomen wie Gold wird der äußere Feldgradient zusätzlich durch die Polarisierung der Rumpfelektronen verstärkt. Der auftretende Verstärkungsfaktor wird auch Sternheimer-Anti-Shielding Faktor genannt und hat für Gold-Atome einen Wert von $40,5$ [Gus95].

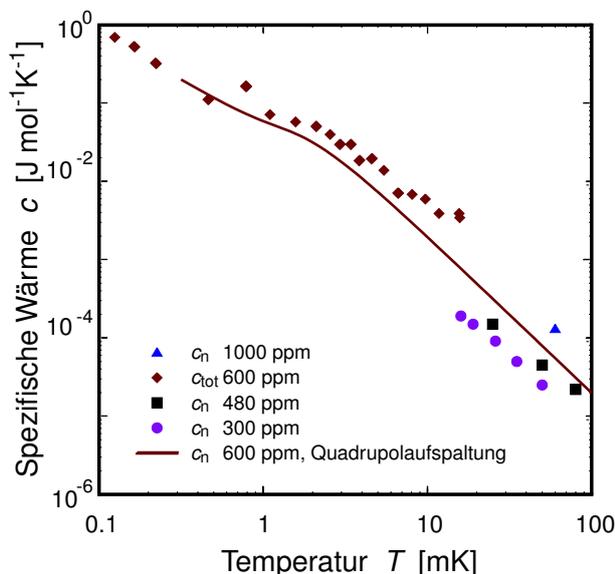


Abb. 3.13: Spezifische Wärme von Au:Er (600 ppm) bei ultra tiefen Temperaturen (Rauten) [Her00]. Die übrigen Datenpunkte geben den Anteil c_n an, der aus der Form der Detektorsignale für Au:Er -Sensoren mit verschiedenen Konzentrationen berechnet wurde. Die eingezeichnete Linie gibt eine theoretische Vorhersage der spezifischen Wärme wieder, bei der für die Quadrupolaufspaltung der Au-Kerne in nächster Nachbarschaft zu einem Er-Ion ein Wert von 70 MHz angenommen wurde [Ens00a].

Spezifische Wärme bei ultra tiefen Temperaturen

In Zusammenarbeit mit T. Herrmannsdörfer, R. König und C. Enss konnte die Messung der spezifischen Wärme von Au:Er zu ultra tiefen Temperaturen hin ausgedehnt werden [Her00]. In Abbildung 3.13 ist das Ergebnis dieser Messung für eine Au:Er (600 ppm) Probe in Abhängigkeit von der Temperatur dargestellt (Rauten). Bei Temperaturen über 15 mK sind Daten eingetragen, die aus der Form der Detektorsignale berechnet wurden. Hierbei wurde angenommen, dass die maximale Signalhöhe $\delta\Phi$ einer Situation entspricht, in der die eingetragene Energie auf die Leitungselektronen und die magnetischen Momente der Er-Ionen mit einer Wärmekapazität c verteilt ist. Der Anteil der Gold-Kerne an der spezifischen Wärme kann somit über $c_n = c\delta\Phi_n/(\delta\Phi - \delta\Phi_n)$ aus den Pulshöhenanteilen $\delta\Phi$

¹⁶Verglichen mit den Au^+ -Ionen der Matrix sind die Er^{3+} -Ionen doppelt positiv geladen.

und $\delta\Phi_n$ und der in Abschnitt 3.3.4 diskutierten spezifischen Wärme der wechselwirkenden magnetischen Momente und der Leitungselektronen berechnet werden.

Die durchgezogene Linie in Abbildung 3.13 gibt eine Berechnung der spezifischen Wärme der Au-Kerne für eine Er-Konzentration von 600 ppm wieder. Hierbei wurde angenommen, dass diejenigen Gold-Kerne, die nächste Nachbarn eines Er-Ions sind, eine Quadrupolaufspaltung von 70 MHz besitzen. Für weiter entfernte Kerne wurden entsprechend kleinere Werte gewählt. Wie man in Abbildung 3.13 sieht, beschreibt diese Theorie das Temperaturverhalten der gemessenen spezifischen Wärmen verhältnismäßig gut. Zu beachten ist dabei, dass in der Abbildung Daten von Au:Er-Proben unterschiedlicher Konzentration dargestellt sind. Der angenommene Wert der Quadrupolaufspaltung wurde bisher noch nicht mit spektroskopischen Verfahren bestimmt. Ein Vergleich mit Quadrupolaufspaltungen bzw. elektrischen Feldgradienten die in ähnlichen verdünnten Legierungen, wie z.B. Cu:Pt, Cu:Pt und Gd:Au [Min80] [Kon96] [Per76], auftreten zeigt jedoch, dass der gewählte Wert sehr realistisch ist [Ens00a].

Thermalisierungsverhalten von Au:Er und Ag:Er

Die Annahme, dass die beobachtete zusätzliche Wärmekapazität von Au:Er bei tiefen Temperaturen auf die Quadrupolaufspaltung der Gold-Kerne in der Nähe von Er-Ionen zurückzuführen ist, wird von den Ergebnissen eines weiteren Experiments stark unterstützt.

In diesem Experiment wurde Silber dotiert mit Erbium als paramagnetisches Sensor-material eingesetzt. Die beiden stabilen Silber-Isotope ^{107}Ag (51,8 %) und ^{109}Ag (48,2 %) besitzen einen Kernspin von $I = 1/2$ und tragen daher kein elektrisches Quadrupolmoment. Im Material Ag:Er sollte daher bei tiefen Temperaturen kein zusätzlicher Beitrag zur spezifischen Wärme auftreten.

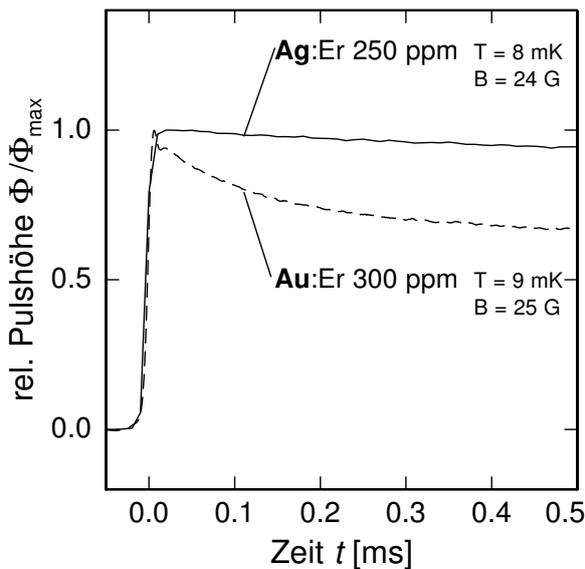


Abb. 3.14: Vergleich der Form zweier Detektorsignale, in den ersten $500 \mu\text{s}$ nach der Absorption eines Röntgenquants. Im Fall des Sensormaterials Au:Er beobachtet man auf dieser Zeitskala ein Relaxieren des Signals mit einer Zeitkonstante $\tau_n \simeq 100 \mu\text{s}$. Besteht der Sensor aus Ag:Er tritt diese Relaxationszeit nicht auf.

In Abbildung 3.14 wird die Signalform eines Au:Er-Sensors mit der eines Ag:Er-Sensors verglichen. Die Zeitskala erstreckt sich über die ersten $500 \mu\text{s}$ nach der Absorption eines Röntgenquants. Die beiden Messungen wurden bei sehr ähnlichen Temperaturen und Ma-

gnetfeldern durchgeführt. Die dargestellten Signale wurden so normiert, dass die maximal erreichte Amplitude den Wert Eins besitzt.

Der Signalverlauf des Gold-Erbium-Sensors zeigt nach dem Durchlaufen des Maximums eine Abnahme der Amplitude mit einer Zeitkonstante von $\tau_n \simeq 100 \mu\text{s}$ auf einen neuen 'Gleichgewichtswert', der etwa 30% kleiner als der Maximalwert ist. Dieser Prozess entspricht dem Wärmefluss in das System der Quadrupolmomente.

Bei der Verwendung eines Silber-Erbium-Sensors beobachtet man im Gegensatz dazu kein vergleichbares Relaxationsverhalten. Nach dem Durchlaufen des Maximums relaxiert die Detektortemperatur langsam zurück zur Temperatur des Wärmebads. Das Sensormaterial Ag:Er besitzt demnach kein zusätzliches thermodynamisches System, dessen Wärmekapazität wie in Au:Er zu tiefen Temperaturen hin zunimmt. Diese Beobachtung unterstützt die Erklärung der großen Werte der spezifischen Wärme von Au:Er bei ultra tiefen Temperaturen durch die Quadrupolaufspaltung der Gold-Kerne.

Die Tatsache, dass Ag:Er bei tiefen Temperaturen ein einfacheres Relaxationsverhalten zeigt, würde dafür sprechen, diese Legierung als Sensormaterial einzusetzen. ESR-Messungen an Ag:Er und Au:Er ergaben für die Austauschenergie \mathcal{J}_{sf} zwischen den lokalisierten $4f$ -Elektronen von Erbium (im Γ_7 -Kramers-Doublett) und den Leitungselektronen einen Wert von $\mathcal{J}_{\text{sf}} = 0,1 \text{ eV}$ für Gold, bzw. $\mathcal{J}_{\text{sf}} = 0,16 \text{ eV}$ für Silber [Tao71]. Da diese Austauschenergie quadratisch in die Stärke der RKKY-Wechselwirkung eingeht, $\alpha \propto \mathcal{J}_{\text{sf}}^2$ (siehe Gleichung 3.27), ist der Wechselwirkungsparameter α für Ag:Er etwa dreimal größer als für Au:Er. Der damit verbundene Signalverlust macht die Verwendung von Ag:Er als Sensormaterial eines magnetischen Kalorimeters etwas weniger attraktiv. Bei der Suche nach neuen Sensormaterialien, die z.B. eine geringere Zustandsdichte an der Fermi-Kante besitzen, sollte jedoch darauf geachtet werden, dass das Wirtsmaterial einen Kernspin $I < 1$ besitzt, und der Kern somit kein elektrisches Quadrupolmoment trägt.

Abschließend sei hier noch angemerkt, dass die Wärmekapazität der Quadrupolmomente sich vor allem bei tiefen Temperaturen und in kleinen Magnetfeldern auf die Form der Detektorsignale auswirkt. Bei Temperaturen über 50 mK und in Magnetfeldern über etwa 6 mT beträgt der relative Anteil der Quadrupolmomente an der Gesamtwärmekapazität weniger als 5%. Au:Er ist in diesem Bereich also hervorragend als Sensormaterial geeignet.

3.6 Magnetisches Johnson-Rauschen

Die bisherigen Abschnitte dieses Kapitels hatten sich hauptsächlich mit der Signalgröße und der Signalform magnetischer Kalorimeter beschäftigt. In die Energieauflösung des Detektors geht jedoch neben den Eigenschaften des Signals auch die Größe des Rauschens ein. Daher wenden wir uns nun einem wichtigen Beitrag zum Rauschen magnetischer Kalorimeter zu.

Wie der Name bereits ausdrückt, besteht sowohl der Sensor als auch der Röntgenabsorber eines metallischen magnetischen Kalorimeters aus einem elektrisch leitenden Material. Thermisch angeregt vollziehen die Leitungselektronen innerhalb dieser Materialien ungeordnete Bewegungen. Die Bewegung jedes einzelnen dieser Elektronen bewirkt daher in

seiner Umgebung ein zeitlich fluktuierendes Magnetfeld, welches in der Leiterschleife des Magnetometers zu einem Rauschen des magnetischen Flusses führt. Da dieses Rauschen aufs engste mit dem Johnson-Rauschen elektrischer Leiter verwandt ist, wollen wir es in dieser Arbeit als 'magnetisches Johnson-Rauschen' bezeichnen.

Das von einem leitenden Körper in einer Leiterschleife verursachte Flussrauschen kann z.B. über das Fluktuations-Dissipations-Theorem berechnet werden. Für zwei typische Geometrien, die in magnetischen Mikrokalorimetern auftreten, wurde diese Berechnung in [Ens00a] durchgeführt. Da die auftretenden Ausdrücke etwas unhandlich sind, wollen wir uns hier auf die Diskussion der Ergebnisse beschränken. In beiden Geometrien besteht das Magnetometer aus einer kreisförmigen Leiterschleife mit Radius R .

Betrachten wir zunächst das magnetische Flussrauschen, das von einem zylindrischen Sensor mit Radius $r = 0,95R$ und Höhe $h < r$ in der Leiterschleife erzeugt wird. Die Leiterschleife befinde sich in der Ebene einer der beiden Stirnflächen des Sensors. Besitzt der Sensor eine spezifische elektrische Leitfähigkeit σ und befindet er sich bei einer Temperatur T , so beträgt das magnetische Flussrauschen im Magnetometer

$$\sqrt{S_{\Phi}} \simeq 0,5\mu_0\sqrt{\sigma\pi r^2 h k_B T} . \quad (3.37)$$

Das Flussrauschen ist proportional zur Wurzel aus der Temperatur, der Leitfähigkeit und dem Sensorvolumen $V = \pi r^2 h$. Zu beachten ist dabei, dass der numerisch berechnete Vorfaktor 0,5 nur für die oben definierten Geometrien gilt.

Zur Illustration der auftretenden Werte wollen wir das Flussrauschen berechnen, das ein Au:Er-Sensor mit einer Konzentration von 900 ppm, einem Radius von $r = 26 \mu\text{m}$ und einer Höhe von $h = 6,5 \mu\text{m}$ in einer Leiterschleife mit Radius $R = r/0,95$ erzeugt. Diese Geometrie wird uns im nächsten Kapitel wieder begegnen. Die Messung des spezifischen Widerstands ρ von Au:Er [Ara66] bei tiefen Temperaturen ergab, dass dieser bei Temperaturen unter 10 K einen nahezu konstanten Wert besitzt, der proportional zur Konzentration x der Erbium-Ionen ist: $\rho \simeq x 6,7 \cdot 10^{-6} \Omega\text{m}$. Die spezifische Leitfähigkeit von Au:Er (900 ppm) ist also $\sigma \simeq 1,7 \cdot 10^8 \Omega^{-1}\text{m}^{-1}$. Bei einer Temperatur von 50 mK erzeugt der hier betrachtete Sensor in der Leiterschleife des Magnetometers ein Flussrauschen von $\sqrt{S_{\Phi}} \simeq 0,38 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$. Wir werden in den noch folgenden Kapiteln sehen, dass dieser Wert zwar verhältnismäßig klein, aber dennoch vergleichbar mit einem weiteren Beitrag zum intrinsischen Rauschen des Sensors ist.

Bei der zweiten interessanten Geometrie ist die Leiterschleife des Magnetometers parallel zur Oberfläche einer sehr großen¹⁷ elektrisch leitenden Platte der Dicke t angeordnet. Der Abstand zwischen der Oberfläche der Platte und der Ebene der Leiterschleife sei durch den Parameter z gegeben. In dieser Geometrie erhält man nach [Var84] und [Ens00a] für das magnetische Flussrauschen den Ausdruck

$$\sqrt{S_{\Phi}} \simeq \mu_0\pi R^2 \sqrt{\frac{\sigma k_B T}{8\pi} \frac{t}{z(z+t)}} . \quad (3.38)$$

¹⁷In der Rechnung wird angenommen, dass die laterale Ausdehnung der Platte unendlich ist. Für viele im Experiment auftretende Geometrien ist dies in guter Näherung erfüllt.

Da sich eine Miniaturisierung des Detektors vorteilhaft auf die Signalgröße auswirkt (siehe Kapitel 4), ist die Detektionsspule des Magnetometers der meisten optimierten Detektorgeometrien durch eine supraleitende Dünnschichtstruktur aus Niob gegeben, die auf einem Silizium-Substrat mit einer Dicke zwischen 0,3 mm bis 0,6 mm angefertigt wird. Zur Abführung der Wärme wird der Silizium-Chip typischerweise auf einen Halter aus Metall geklebt. Mit Hilfe des Ausdrucks 3.38 kann der Rauschbeitrag des metallischen Halters für die meisten experimentellen Anordnungen abgeschätzt werden.

Als Beispiel wollen wir das Flussrauschen berechnen, das von einer 1 mm dicken Kupfer- bzw. Messing-Platte in einer Leiterschleife mit einem Radius von $R = 26 \mu\text{m}/0.95 \simeq 27,4 \mu\text{m}$ erzeugt wird, wenn diese 0,6 mm von der Oberfläche der Metallplatte entfernt ist. Bei einer Temperatur von 50 mK erhalten wir für Messing ($\rho \simeq 4,3 \cdot 10^{-8} \Omega\text{m}$) einen Wert von $\sqrt{S_{\Phi}} \simeq 0,04 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$, der deutlich geringer ist als alle übrigen Beiträge zum Rauschen des Detektors.

Nehmen wir für unbehandeltes Kupfer ein Restwiderstandsverhältnis $\rho_{300\text{K}}/\rho_{4\text{K}} = 100$ an¹⁸ ($\rho_{4\text{K}} \simeq 1,7 \cdot 10^{-10} \Omega\text{m}$), so erhalten wir für die hier betrachtete Geometrie ein magnetisches Flussrauschen von $\sqrt{S_{\Phi}} \simeq 0,6 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$. Dieser Wert ist vergleichbar mit dem magnetischen Johnson-Rauschen des Sensors und sollte daher durch die Verwendung einer Kupfer-Platte geringerer Dicke bzw. geringerer elektrischer Leitfähigkeit reduziert werden.

Zum Abschluss sei hier noch angemerkt, dass bei der Herleitung der oben angegebenen Ausdrücke für das magnetische Flussrauschen der Skin-Effekt nicht berücksichtigt wurde. Sie gelten daher nur für (niedrige) Frequenzen, bei denen die Skin-Tiefe $\delta = \sqrt{2/\mu_0\sigma\omega}$ größer als die Abmessungen des jeweiligen metallischen Körpers ist. Bei höheren Frequenzen tritt eine Selbstschirmung auf, und der Wert des Flussrauschens nimmt zu hohen Frequenzen hin monoton ab. Das Frequenzspektrum des Rauschens kann in diesem Frequenzbereich jedoch nur mit Hilfe von numerischen Methoden berechnet werden.

Im Fall des Au:Er-Sensors gilt der berechnete Wert des Flussrauschens bei Frequenzen bis etwa 2 MHz. Für die betrachtete Messing-Platte ist der Frequenzbereich aufgrund der größeren Abmessungen kleiner und erstreckt sich nur bis ca. 2 kHz.

¹⁸Durch Tempern, d.h. langzeitiges Ausglühen, kann das Restwiderstandsverhältnis nahezu um zwei Größenordnungen gesteigert werden [Pob96].

4. Optimierung des Detektordesigns

Die Sensitivität $S = \delta\Phi/\delta E$ eines magnetischen Kalorimeters hängt zum einen von der Geometrie des Detektors, zum anderen von den thermodynamischen Eigenschaften des Sensor- und des Absorbermaterials ab. Wie wir im vorherigen Kapitel sahen, kann die spezifische Wärme und die Magnetisierung des Sensormaterials mit Hilfe von numerischen Berechnungen gut beschrieben werden. Im nun folgenden Kapitel werden wir diese Berechnungen benutzen, um Design-Regeln herzuleiten, mit denen die Sensitivität $S = \delta\Phi/\delta E$ des Detektors maximiert werden kann. Diese Optimierung ist ein notwendiger Schritt, um das Signal bzw. das intrinsische Rauschen des Detektors über das Rauschen des verwendeten SQUID-Magnetometers anzuheben.

4.1 Betrachtete Geometrien

Prinzipiell ist eine große Zahl unterschiedlicher Detektorgeometrien denkbar. Für die im Folgenden durchgeführte Optimierungsrechnung wollen wir uns zunächst auf die in Abbildung 4.1 skizzierte Detektorgeometrie beschränken. Im letzten Abschnitt dieses Kapitels werden wir die Diskussion auf eine Reihe von alternativen Sensorgeometrien ausdehnen.

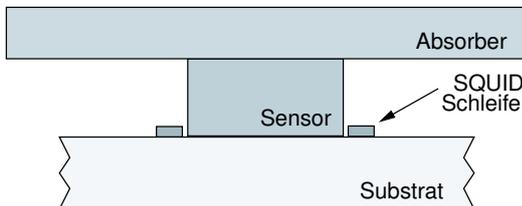


Abb. 4.1: Schematisches Schnittbild eines magnetischen Kalorimeters, dessen zylindrischer Sensor in der kreisförmigen Leiterschleife eines dc-SQUID-Magnetometers sitzt.

Der im folgenden diskutierte Detektor besteht aus einem Röntgenabsorber (beliebiger Form), an dem ein zylindrischer, paramagnetischer Sensor angebracht ist. Der Sensor sitzt in der kreisförmigen Leiterschleife eines dc-SQUID-Magnetometers, das in Dünnschicht-Technologie auf der Oberfläche eines Silizium-Substrates angefertigt wurde.

4.2 Optimierung der Sensitivität

Die Sensitivität $S = \delta\Phi/\delta E$ eines magnetischen Kalorimeters, dessen Röntgenabsorber eine Wärmekapazität C_{Abs} und dessen Sensor ein Volumen V und die spezifische Wärme¹ c besitzt, kann zum Beispiel in der Form

$$S = \mu_0 G \frac{1}{r} V \frac{\partial M}{\partial T} \frac{1}{Vc + C_{\text{Abs}}} \quad (4.1)$$

¹Die spezifische Wärme sei hier die Wärmekapazität pro Volumen, $c = C_{\text{Sens}}/V$.

parametrisiert werden. Hier steht μ_0 für die magnetische Permeabilität des Vakuums. Die Größe $\partial M/\partial T$ gibt die Temperaturabhängigkeit der Magnetisierung des Sensormaterials an. Der dimensionslose Parameter G beschreibt die geometrieabhängige Kopplung zwischen Sensor und Magnetometerschleife und wird im Folgenden auch *Geometriefaktor* genannt. Er hängt im Wesentlichen vom Durchmesser-zu-Höhen-Verhältnis $\xi = 2r/h$ des Sensors ab.

Die Sensitivität ist demnach eine Funktion von 8 Parametern,

$$S = S(T, C_{\text{Abs}}, g, \alpha, B, x, r, h) . \quad (4.2)$$

Sie hängt von der Temperatur T , von der Wärmekapazität des Absorbers C_{Abs} , vom gyromagnetischen Verhältnis g der paramagnetischen Ionen, vom Wechselwirkungsparameter α , vom Magnetfeld B , von der Konzentration der paramagnetischen Ionen x und vom Radius und der Höhe des Sensors ab.

Bei der Optimierung des Detektors für eine spezielle Anwendung sind einige dieser Parameter meist durch die Anforderungen der Anwendung festgelegt. Zum Beispiel ist die Arbeitstemperatur durch die zur Verfügung stehenden Kühlmethoden gegeben. Fordert die Anwendung eine bestimmte Absorberfläche und Quanteneffizienz, so ist — bei vorgegebenem Absorbermaterial — das Volumen und somit die Wärmekapazität des Absorbers C_{Abs} fixiert. Hat man sich auch für ein Sensormaterial entschieden, so sind zusätzlich die Parameter α und g festgelegt.

Die restlichen Parameter (B , x , r und h) können so gewählt werden, dass die Sensitivität des Detektors maximal ist. Für die entsprechende Optimierungsrechnung formen wir den Ausdruck für die Sensitivität (4.1) mit Hilfe des Verhältnisses $\xi = 2r/h$ um, und erhalten

$$S = \mu_0 G(\xi) \left(\frac{2\pi}{\xi} \right)^{1/3} \frac{V^{2/3}}{Vc + C_{\text{Abs}}} \frac{\partial M}{\partial T} . \quad (4.3)$$

Die auftretenden Faktoren können zum Teil unabhängig voneinander optimiert werden. Für die geometrieabhängigen Faktoren soll dies im nächsten Abschnitt durchgeführt werden.

4.2.1 Optimale Sensorgeometrie

Der Geometriefaktor $G(\xi)$ hängt sowohl von der Form des Sensors (ξ), als auch von der Anordnung der Leiterschleife ab. Für die hier betrachteten Geometrien kann er nicht analytisch berechnet werden. Daher wurde das Finite-Elemente-Programms FEMM² zur Berechnung der Geometriefaktoren eingesetzt.

Abbildung 4.2 zeigt die berechneten Werte des Geometriefaktors $G(\xi)$ in Abhängigkeit vom Durchmesser-zu-Höhen-Verhältnis $\xi = 2r/h$ des Sensors für zwei Strukturweiten w der Leiterschleife des Magnetometers. In der Rechnung wurde angenommen, dass die Leiterschleife supraleitend ist und sich perfekt diamagnetisch verhält.

²FEMM: Finite Element Method Magnetics (v3.1) von David Meeker, <http://femm.berlios.de> .

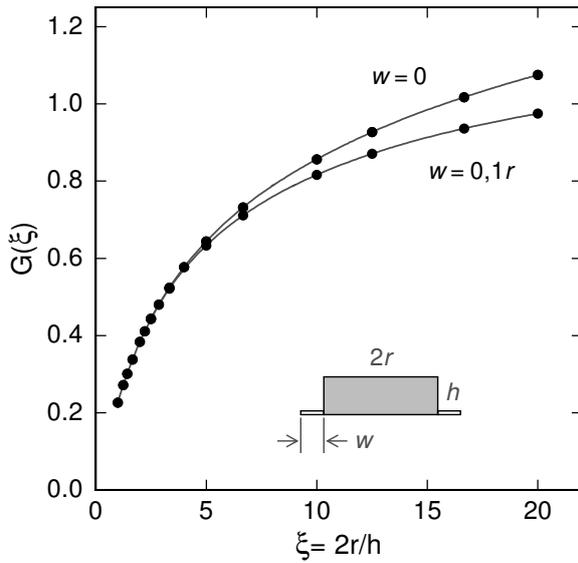


Abb. 4.2: Numerisch berechnete Geometriefaktoren für zylindrische Sensoren (Punkte) als Funktion des Durchmesser-zu-Höhen-Verhältnisses $\xi = 2r/h$. Die Detektionsspule ist hier eine einzelne, perfekt diamagnetische ($\chi = -1$) Leiterschleife, deren Innendurchmesser gleich dem Durchmesser des Sensors ist. Für die Strukturbreite w der Leiterschleife wurden die Werte $w = 0$ bzw. $w = 0,1r$ angenommen.

Für beide Strukturbreiten w nimmt der Geometriefaktor zu großen Werten von ξ hin monoton zu. Flache Sensorformen sind bevorzugt, da ein größerer Volumenanteil des paramagnetischen Sensor vor der Leiterschleife 'gesehen' wird. Im Fall der endlichen Strukturbreite $w = 0,1r$ ist der Anstieg weniger ausgeprägt, da die diamagnetische Leiterschleife einen Teil des gegenläufigen Außenfeldes ins Innere der Leiterschleife drängt. Der effektive Durchmesser der Schleife ist somit größer als der Sensordurchmesser.

Die optimale Sensorform kann durch die Maximierung des Faktors $G(\xi)(2\pi/\xi)^{1/3}$ aus (4.3) ermittelt werden. In Abbildung 4.3 sind die Werte dieser Funktion gegenüber dem Parameter ξ aufgetragen. Sie steigen bei kleinen Werten von ξ rasch an und durchlaufen anschließend ein verhältnismäßig breites Maximum. Im Fall $w = 0$ wird das Maximum bei $\xi_{\text{opt}} \simeq 15$ erreicht. Im realistischeren Fall einer endlichen Strukturbreite von $w = 0,1r$ liegt das Maximum bei $\xi_{\text{opt}} \simeq 8$. Für die weitere Diskussion wollen wir daher annehmen, dass der optimale Radius r_{opt} und die optimale Höhe h_{opt} des Sensors über

$$h_{\text{opt}} \simeq 0,25r_{\text{opt}} \quad (4.4)$$

miteinander verknüpft sind. Aufgrund der Breite des Maximums wirken sich kleine Abweichungen von dieser Bedingung nur schwach auf die erzielbare Sensitivität aus.

Das optimale Sensorvolumen $V_{\text{opt}} = \pi r_{\text{opt}}^2 h_{\text{opt}}$ kann durch Maximieren des Faktors $V^{2/3}/(V_C + C_{\text{Abs}})$ aus (4.3) gewonnen werden. Man findet die Bedingung

$$cV_{\text{opt}} = 2C_{\text{Abs}} \quad (4.5)$$

Aufgrund der hier angenommenen Forderungen an die Geometrie ist die Sensitivität des Detektors gerade dann maximal, wenn die Wärmekapazität des Sensors dem Doppelten der Wärmekapazität des Absorbers entspricht. Bemerkenswert ist, dass diese Bedingung unabhängig von den thermodynamischen Eigenschaften des Sensormaterials gültig ist.

Die Sensitivität eines Detektors mit optimierter Sensor-Geometrie nimmt somit die

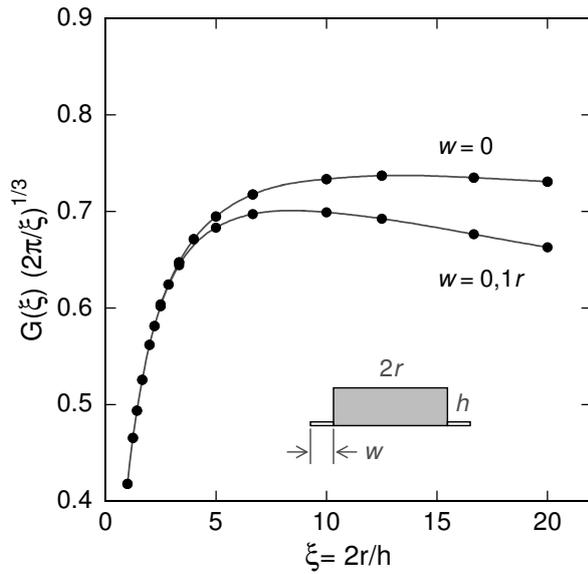


Abb. 4.3: Die Funktion $G(\xi)(2\pi/\xi)^{1/3}$ ist der, von der Form des Sensors abhängige Faktor in der Sensitivität. Sie ist hier als Funktion von $\xi = 2r/h$ dargestellt. Für die Berechnung wurden die in Abbildung 4.2 dargestellten Werte von $G(\xi)$ verwendet.

Form

$$S = \mu_0 G(\xi_{\text{opt}}) \left(\frac{2\pi}{\xi_{\text{opt}}} \right)^{1/3} \frac{2^{2/3}}{3} C_{\text{Abs}}^{-1/3} c^{-2/3} \frac{\partial M}{\partial T} \quad (4.6)$$

an. Sie hängt verhältnismäßig schwach von der Wärmekapazität C_{Abs} des Absorbers ab, $S \propto C_{\text{Abs}}^{-1/3}$.

4.2.2 Optimale Sensorparameter

Die optimalen Werte der übrigen zwei Parameter (B , x) erhält man durch Maximierung des Faktors $c^{-2/3} \partial M / \partial T$ aus (4.6). Bei der Berechnung dieses Ausdrucks muss die Wechselwirkung zwischen den paramagnetischen Ionen berücksichtigt werden. Dabei können unterschiedliche Wege eingeschlagen werden. Zwei davon werden im Folgenden beschrieben, und die Ergebnisse miteinander verglichen:

Molekularfeld-Näherung: (Walker-Walsted-Verteilung)

In [Ens00a] wurde die Berechnung im Rahmen einer Molekularfeld-Näherung durchgeführt, wobei für die Austauschenergien E_{exch} zwischen den lokalisierten magnetischen Momenten eine Verteilung der Form

$$P(\epsilon) = \frac{4\epsilon_{\text{max}}}{\pi} \frac{\epsilon^2}{(\epsilon^2 + \epsilon_{\text{max}}^2)^2} \quad (4.7)$$

mit $\epsilon_{\text{max}} = 8\pi x/3$ angenommen wurde. Für Spins mit $s = 1/2$ entspricht die dimensionslose Energie ϵ einer Austauschenergie von $E_{\text{exch}} = \epsilon \alpha \mu_0 (g\mu_B)^2 / (16\pi a_0^3)$, worin a_0 die Gitterkonstante des Wirtsmaterials (hier: Gold) angibt. Die Verteilung (4.7) wurde von Walker und Walstedt für zufällig verteilte Spins in einem kontinuierlichen Medium hergeleitet [Wal80][Wal77]. Die diskrete Natur des Wirtsgitters wurde in diesen Berechnungen nicht

Tab. 4.1: Ergebnis der Optimierungsrechnung: Optimale Werte der Parameter B , x , r und h als Funktion der Temperatur T und der Absorberwärmekapazität C_{Abs} . Die rechte Spalte enthält explizite Werte für einen Detektor, der bei $T = 50$ mK betrieben wird und dessen Absorber eine Wärmekapazität von $C_{\text{Abs}} = 1$ pJ/K besitzt. Das Sensormaterial sei Au:Er mit $g = 6,8$ und $\alpha = 5$.

Optimale Parameter	Beispiel für: $T = 50$ mK, $g = 6,8$ $C_{\text{Abs}} = 1$ pJ/K, $\alpha = 5$
$B_{\text{opt}} =$	$1,5 \text{ T K}^{-1} \times Tg^{-1} \quad \leftrightarrow 10,9 \text{ mT}$
$x_{\text{opt}} =$	$4,2 \text{ K}^{-1} \times Tg^{-2}\alpha^{-1} \quad \leftrightarrow 900 \text{ ppm}$
$r_{\text{opt}} =$	$1,57 \text{ cm K}^{2/3}\text{J}^{-1/3} \times (g^2\alpha C_{\text{Abs}}T^{-1})^{1/3} \quad \leftrightarrow 26 \mu\text{m}$
$h_{\text{opt}} =$	$0,25 \times r_{\text{opt}} \quad \leftrightarrow 6,5 \mu\text{m}$
$S_{\text{max}} =$	$1,28 \cdot 10^{-9} \frac{\Phi_0}{\text{eV}} \text{ J}^{1/3}\text{K}^{1/3} \times (g\alpha^{-1}C_{\text{Abs}}^{-1}T^{-2})^{1/3} \quad \leftrightarrow 0,105 \frac{\Phi_0}{\text{keV}}$

berücksichtigt. Der Beitrag der Leitungselektronen zur spezifischen Wärme des Sensors wurde ebenfalls nicht in die Berechnungen aufgenommen. Dies kann nach Durchführung der Optimierungsrechnung rückwirkend gerechtfertigt werden, weil die Leitungselektronen bei optimalen Sensorparametern weniger als 5% zur spezifischen Wärme beitragen. Desweiteren wurde in [Ens00a] eine Geometrie betrachtet, bei der die Leiterschleife des Magnetometers einen Radius von $r_\ell = 1.09r$ besitzt und auf halber Höhe des zylindrischen Sensors angebracht ist.

Die auf diese Weise erhaltenen, optimalen Sensorparameter (B_{opt} , x_{opt} , r_{opt} , h_{opt}) können in guter Näherung als analytische Funktionen der vorgegebenen Parameter (T , C_{Abs} , g , α) angegeben werden. In Tabelle 4.1 sind diese Beziehungen aufgelistet. Um die Ergebnisse aus [Ens00a] leichter mit den hier betrachteten Geometrien vergleichen zu können, wurden sie auf die im vorherigen Abschnitt hergeleitete optimale Sensorform mit $2r_{\text{opt}}/h_{\text{opt}} = 8$ umgerechnet.

Die letzte Spalte enthält explizite Werte für einen optimierten Detektor, der bei einer Temperatur von $T = 50$ mK betrieben wird und einen Röntgenabsorber mit der Wärmekapazität $C_{\text{Abs}} = 1$ pJ/K besitzt. Diese Wärmekapazität entspricht z.B. einem quaderförmigen Absorber aus Gold mit einer Fläche von $250 \mu\text{m} \times 250 \mu\text{m}$ und einer Dicke von $5 \mu\text{m}$. Die Quanteneffizienz dieses Absorbers für Röntgenenergien bis 6 keV ist größer als 98%. Als Sensormaterial wurde eine verdünnte Au:Er-Legierung angenommen ($g = 6,8$, $\alpha = 5$). In diesem Fall besitzt der optimierte Sensor einen Radius von $r_{\text{opt}} = 26 \mu\text{m}$, eine Höhe von $h_{\text{opt}} = 6,5 \mu\text{m}$ und eine Erbium-Konzentration von $x_{\text{opt}} = 900$ ppm. Die Sensitivität dieses Detektors beträgt $S_{\text{max}} = 0,105 \Phi_0/\text{eV}$.

Die Ausdrücke für die optimalen Sensorparameter in Tabelle 4.1 werden im nächsten Abschnitt gemeinsam mit den dort erhaltenen Ergebnissen ausführlicher diskutiert.

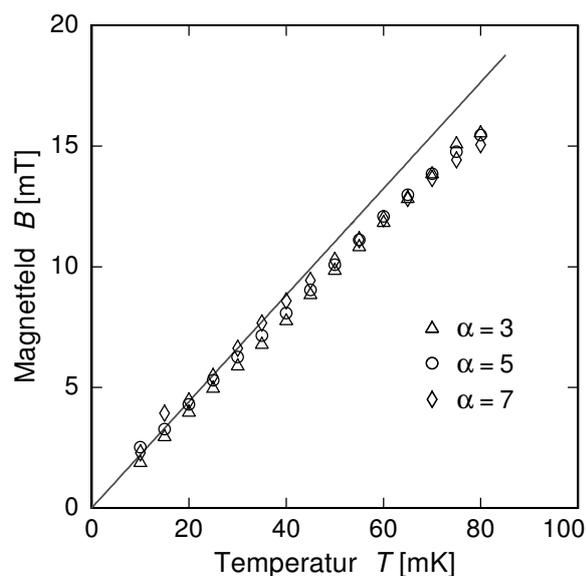


Abb. 4.4: Optimales Magnetfeld als Funktion der Temperatur. Die Datenpunkte entsprechen Ergebnissen der ND-Methode für drei Wechselwirkungsparameter α der RKKY-Wechselwirkung. Die durchgezogene Linie gibt das Ergebnis der Berechnung mit Hilfe einer Verteilung der Wechselwirkungsenergien nach Walker und Walsted wieder.

Diagonalisierung des Hamilton-Operators:

Bei der Optimierung der Größe $c^{-2/3}\partial M/\partial T$ im Rahmen der oben beschriebenen Molekularfeld-Näherung wurden eine Reihe von Näherungen gemacht, die das Ergebnis merklich verfälschen könnten. Um diese Berechnungen zu überprüfen, wurden die thermodynamischen Eigenschaften des Sensormaterials in einer zweiten Optimierungsrechnung mit Hilfe der Methode der numerischen Diagonalisierung des Hamilton-Operators aus Kapitel 3 ermittelt. Der Algorithmus wird im Folgenden auch kurz ND-Methode für 'numerische Diagonalisierung' genannt.

Die Größe $c^{-2/3}\partial M/\partial T$ hängt von den vorgegeben Parametern T , g , und α und von den zu optimierenden Parametern B und x ab. Bei der Berechnung der thermodynamischen Größen c und $\partial M/\partial T$ wurden für jede Kombination der Parameter g , α , B und x zirka 20.000 zufällige Spinkonfigurationen betrachtet. Jede Konfiguration enthält zwischen Null und 10 Spins, die zufällig auf einem endlichen Gitterausschnitt des fcc-Gitters von Gold verteilt sind. Für jede Konfiguration wird die Matrix des Hamilton-Operators der Spins unter der Annahme quasi-periodischer Randbedingungen³ aufgestellt. Dabei wird die Wechselwirkung mit dem äußeren Magnetfeld, die Dipol-Dipol-Wechselwirkung und die RKKY-Wechselwirkung berücksichtigt. Durch numerische Diagonalisierung werden die Energie-Eigenwerte der Konfiguration ermittelt, aus denen über die Zustandssumme die thermodynamischen Größen c und $\partial M/\partial T$ berechnet werden können. In einem letzten Schritt werden die Ergebnisse der einzelnen Konfigurationen entsprechend der Wahrscheinlichkeit ihres Auftretens gewichtet und gemittelt. Da bei der Optimierungsrechnung ein relativ großer Parameterraum abgedeckt wurde, betrug die gesamte Rechenzeit etwa 2 Monate auf einem heute üblichen Computer (Pentium IV, 1,6 GHz). Bei der Berechnung der spezifischen Wärme des Sensormaterials wurde auch der Beitrag der Leitungselektronen berücksichtigt.

³Der Gitterausschnitt wurde in jeder Raumrichtung 4 mal wiederholt.

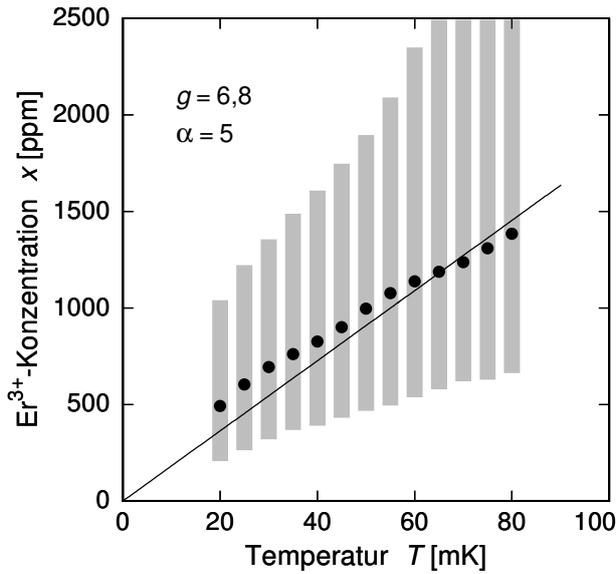


Abb. 4.5: Optimale Konzentration als Funktion der Temperatur. Die Datenpunkte entsprechen Ergebnissen der ND-Rechnungen für einen Wechselwirkungsparameter von $\alpha = 5$. Die durchgezogene Linie gibt das Ergebnis der Molekularfeld-Näherung nach Walker und Walsted wieder. Die grauen Balken geben den Konzentrationsbereich an, in dem die erzielbare Sensitivität um weniger als 5% unter der maximalen Sensitivität liegt.

Bei der Diskussion der Ergebnisse wollen wir uns auf den Fall des Sensormaterials Au:Er ($g = 6,8$) beschränken. In Abbildung 4.4 ist das optimale Magnetfeld in Abhängigkeit von der Arbeitstemperatur des Detektors für drei Werte des Wechselwirkungsparameters α dargestellt. Die Symbole geben die Ergebnisse der ND-Rechnungen an, die durchgezogene Linie entspricht der Molekularfeld-Näherung. Beide Berechnungen ergeben nahezu dieselbe lineare Abhängigkeit zwischen Betriebstemperatur und optimalem Magnetfeld. Das Magnetfeld ist dabei stets so groß, dass die Zeeman-Aufspaltung ungefähr gleich der thermischen Energie ist, $g\mu_B B_{\text{opt}} \simeq k_B T$. Erstaunlich ist, dass das optimale Magnetfeld nur unwesentlich von der Stärke des Wechselwirkungsparameters α abhängt. Diese Tatsache lässt sich verstehen, wenn man das Ergebnis für die optimale Konzentration kennt. Diese ist invers proportional zu α . Daher bleibt bei einer Variation von α die mittlere Wechselwirkungsenergie, und folglich auch das optimale Magnetfeld in erster Ordnung konstant.

Abbildung 4.5 zeigt die optimale Konzentration x_{opt} der paramagnetischen Ionen in Abhängigkeit von der Temperatur für einen Wechselwirkungsparameter von $\alpha = 5$. Die Punkte entsprechen den ND-Simulationen, die Gerade gibt die Molekularfeld-Näherung wieder. Die Sensitivität durchläuft als Funktion der Konzentration ein sehr breites Maximum. Um dies darzustellen wurde in Abbildung 4.5 der Konzentrationsbereich grau unterlegt, in dem die Sensitivität des Detektors um weniger als 5% gegenüber dem Maximalwert reduziert ist. Angesichts der Breite dieses Konzentrationsbereichs stimmen die Ergebnisse der beiden Berechnungen relativ gut miteinander überein.

Die Tatsache, dass sowohl das optimale Magnetfeld, als auch die optimale Konzentration linear mit der Arbeitstemperatur zunehmen lässt den Schluss zu, dass die Sensitivität stets bei denselben Werten der drei Verhältnisse aus thermischer Energie, Zeeman-Aufspaltung und mittlerer Wechselwirkungsenergie maximal ist.

Bisher konnte für das optimale Volumen des Sensors zwar die Bedingung $cV_{\text{opt}} = 2C_{\text{Abs}}$ abgeleitet, allerdings noch kein Wert angegeben werden. Da die optimale Konzentration

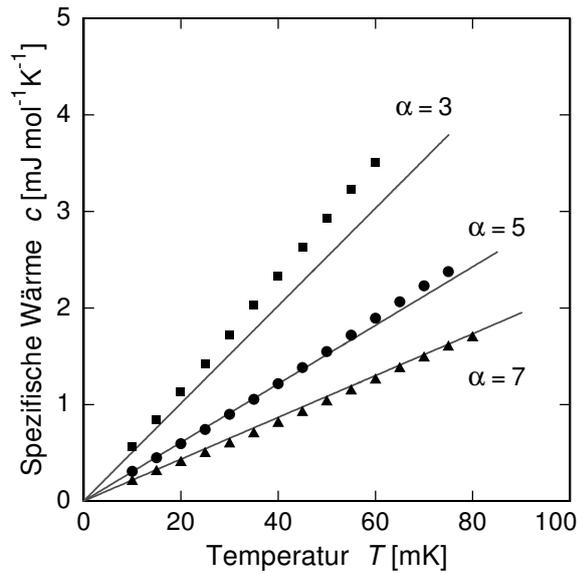


Abb. 4.6: Spezifische Wärme des Sensormaterials nach der Optimierung von Konzentration und Magnetfeld in Abhängigkeit von der Temperatur. Die Datenpunkte entsprechen Ergebnissen der ND-Rechnungen für drei Wechselwirkungsparameter der RKKY-Wechselwirkung von α . Die durchgezogene Linie gibt das Ergebnis der Berechnungen mit Hilfe einer Verteilung der Wechselwirkungsenergien nach Walker und Walsted wieder.

on der magnetischen Momente und das optimale Magnetfeld nun ermittelt sind, kann das Volumen aus der berechneten spezifischen Wärme (pro Volumen) des Sensormaterials $c(x_{\text{opt}}, B_{\text{opt}})$ und der Wärmekapazität des Absorbers ermittelt werden. Bezieht man das optimale Durchmesser-zu-Höhen-Verhältnis ξ_{opt} mit ein, so erhält man für den Radius des Sensors $r_{\text{opt}} = \sqrt[3]{\xi_{\text{opt}} C_{\text{Abs}} / \pi c}$.

In Abbildung 4.6 ist die berechnete spezifische Wärme $c(x_{\text{opt}}, B_{\text{opt}})$ als Funktion der Temperatur für drei Werte des Wechselwirkungsparameters α dargestellt. Die Symbole geben die Ergebnisse der ND-Methode wieder, die Geraden entsprechen der Molekularfeld-Näherung. Da die beiden Berechnungen für die Wechselwirkungsparameter $\alpha = 5$ und $\alpha = 7$ gut übereinstimmen, gelten auch im Fall der Monte-Carlo-Simulation die in Tabelle 4.1 angegebenen Beziehungen für den Radius r_{opt} und die Höhe h_{opt} des Sensors. Für kleine Werte von α weichen die Ergebnisse der beiden Berechnungen etwas voneinander ab. Die optimale spezifische Wärme und damit auch die optimale Konzentration sind in der Monte-Carlo-Rechnung etwas größer. Dies geht zum einen auf die Einbeziehung der Wärmekapazität der Leitungselektronen, zum anderen auf die Berücksichtigung des diskreten Kristallgitters zurück.

Maximale Sensitivität:

Nachdem wir die Ergebnisse für die optimalen Sensor-Parameter diskutiert haben, wollen wir nun die maximale Sensitivität unter den hier angenommenen Randbedingungen betrachten. In Abbildung 4.7 ist die berechnete Sensitivität in Abhängigkeit von der Arbeitstemperatur des Detektors für verschiedene Werte des Wechselwirkungsparameters α doppel-logarithmisch dargestellt. In den Rechnungen wurde angenommen, dass der Röntgenabsorber eine Wärmekapazität von $C_{\text{Abs}} = 1 \text{ pJ/K}$ besitzt. Die Symbole geben die Ergebnisse der ND-Methode wieder, die Geraden entsprechen der Molekularfeld-Näherung.

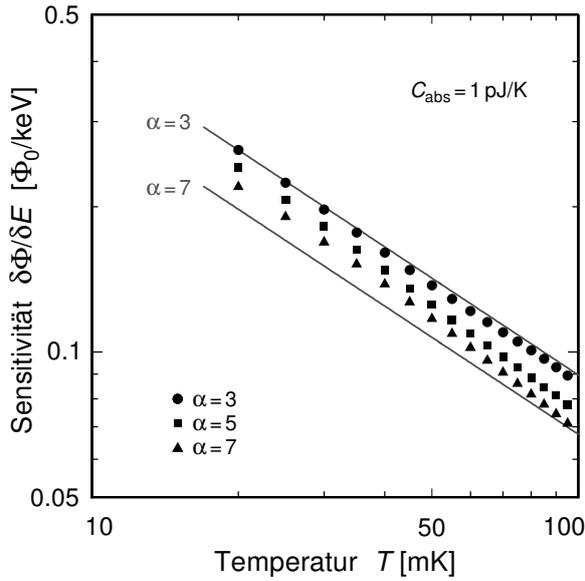


Abb. 4.7: Maximal erreichbare Sensitivität $\delta\Phi/\delta E$ als Funktion der Temperatur. Die Datenpunkte entsprechen Ergebnissen der ND-Methode für drei Wechselwirkungsparameter der RKKY-Wechselwirkung α . Die durchgezogenen Linien geben das Ergebnis der Molekularfeld-Näherung wieder. Um den Vergleich zu erleichtern, wurden die Sensitivitäten aus der Molekularfeld-Näherung mit dem Faktor 1,15 multipliziert.

Beide Simulationsrechnungen ergeben eine Sensitivität, die bei kleinen Werten von α zu tiefen Temperaturen hin proportional zu $T^{-2/3}$ zunimmt. In den ND-Berechnungen ist der Einfluss der Wechselwirkung zwischen den magnetischen Momenten bei tiefen Temperaturen und größeren Wechselwirkungsparametern jedoch weniger ausgeprägt, was zu etwas höheren Werten der Sensitivität und zu einer steileren Temperaturabhängigkeit führt. Insgesamt sind die Ergebnisse der numerischen Diagonalisierung etwa um 15% größer als die der Molekularfeld-Näherung nach Walker und Walstedt. Da wir bereits gesehen haben, dass beide Berechnungen für die spezifische Wärme sehr ähnliche Ergebnisse ergeben, lässt dies den Schluss zu, dass die Temperaturabhängigkeit der Magnetisierung $\partial M/\partial T(T, g, B_{\text{opt}}, x_{\text{opt}})$ in den Monte-Carlo-Simulationen größer ist. Dies ist vermutlich eine Folge der Berücksichtigung der diskreten Natur des Kristallgitters.

In die zwei verwendeten Simulationsrechnungen gehen eine Reihe von unterschiedlichen Vereinfachungen ein, und dennoch liefern beide sehr ähnliche Ergebnisse. Zudem konnten die gemessenen thermodynamischen Größen des Sensormaterials in Kapitel 3 gut mit Hilfe der ND-Simulationen beschrieben werden. Wir können daher erwarten, dass die hier abgeleiteten, optimalen Sensorparameter tatsächlich die Sensitivität eines magnetischen Kalorimeters maximieren.

Die verhältnismäßig kleinen Unterschiede in den Ergebnissen beider Berechnungen führen dazu, dass wir auch im Fall der numerischen Diagonalisierung des Hamilton-Operators die optimalen Sensorparameter aus Tabelle 4.1 in guter Näherung als Ergebnis der Optimierung ansehen können. Der Wert der Sensitivität eines optimierten Detektors ist jedoch um zirka 15% größer als in Tabelle 4.1 angegeben.

Das dort angegebene Beispiel bezog sich auf einen Detektor, der bei einer Temperatur von 50 mK betrieben wird und einen Absorber mit einer Wärmekapazität von 1 pJ/K besitzt. Im Rahmen der ND-Methode ergibt sich für den optimalen Au:Er-Sensor eine Er-Konzentration von 900 ppm, ein Durchmesser von $52 \mu\text{m}$ und eine Höhe von $6,5 \mu\text{m}$. Das optimale Magnetfeld beträgt 10 mT (siehe Abb. 4.4). Die Sensitivität des Detektors

beträgt $\delta\Phi/\delta E = 0,12 \Phi_0/\text{keV}$.

Um ein Gefühl für den Einfluss der Wechselwirkung auf die Sensitivität zu entwickeln, kann man die Sensitivität eines Detektors betrachten, der bei derselben Temperatur betrieben wird und dieselben Sensorparameter besitzt, dessen magnetische Momente jedoch nicht miteinander wechselwirken. In Abschnitt 3.2.1 wurde die Sensitivität eines solchen Detektors berechnet (siehe Abb. 3.5). Wir hatten dort einen Wert von $\delta\Phi/\delta E = 0,17 \Phi_0/\text{keV}$ erhalten. Das heißt: Betrachtet man einen Detektor mit Au-Er-Sensor, dessen Sensitivität unter Berücksichtigung der Wechselwirkung ($\alpha = 5$) zwischen den magnetischen Momenten optimiert wurde, so besitzt dieser eine Sensitivität, die etwa 30% kleiner ist als die Sensitivität eines baugleichen Detektors, dessen Spins nicht untereinander wechselwirken.

4.3 Ausblick: Alternative Sensorgeometrien

Wir haben die Diskussion bisher auf Detektorgeometrien beschränkt, die auf *einem* zylindrischen Sensor beruhen, und haben dabei gesehen, dass die Sensitivität des Detektors zu kleinen Detektorgrößen hin proportional zu $C_{\text{Abs}}^{-1/3}$ bzw. $V^{-1/3}$ zunimmt. Dieser Zusammenhang war im Wesentlichen die Folge von zwei gegenläufigen Faktoren in der Sensitivität. Zum einen gelangt mit zunehmendem Sensorvolumen mehr Energie in den Sensor, da dessen Anteil an der Gesamtwärmekapazität des Detektors anwächst. Die Änderung des magnetischen Moments des Sensors pro Energieeintrag, $\delta m/\delta E$, nimmt somit zu. Zum anderen ist der magnetische Fluss $\delta\Phi$, der in der Leiterschleife des Magnetometers von einem magnetischen Moment δm erzeugt wird invers proportional zum Radius der Leiterschleife $\delta\Phi \propto r^{-1} \propto V^{-1/3}$.

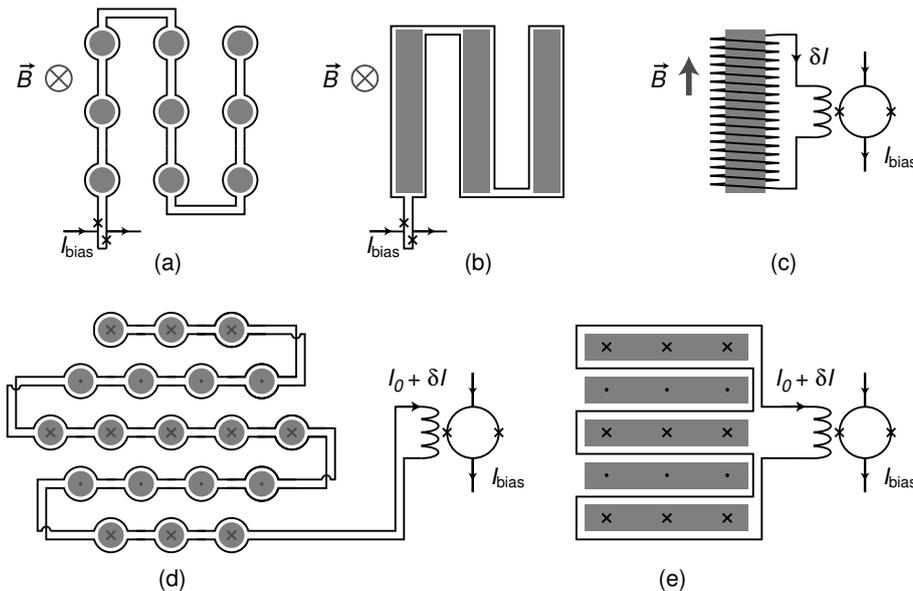


Abb. 4.8: Schematische Skizzen alternativer Sensorgeometrien.

Beide Bedingungen lassen sich nahezu unabhängig von einander erfüllen, wenn man das

Sensorvolumen z.B. auf eine Anzahl N von kleineren zylindrischen Sensoren verteilt. Da der Radius der Sensoren um einen Faktor $N^{1/3}$ verringert wird, kann die Sensitivität prinzipiell um einen Faktor $N^{1/3}$ gesteigert werden. Die Skizze einer solchen Sensorgeometrie ist in Abbildung 4.8a) dargestellt. Die Sensoren werden von der Leiterschleife eines SQUID-Magnetometers umschlossen und befinden sich in einer externen Feldspule, die in der Abbildung nicht dargestellt ist. Der Abstand zwischen den Sensoren sollte verhältnismäßig groß gewählt werden, da sonst ein übermäßig großer Anteil des gegenläufigen Fernfeldes der einzelnen Sensoren in die Leiterschleifen der anderen Sensoren eingekoppelt wird. Ist z.B. der Abstand zwischen den Sensoren gleich dem Doppelten des Durchmessers, so nimmt die Sensitivität um einen Faktor $0,9N^{1/3}$ zu.

In Abbildung 4.8b) ist eine Geometrie skizziert, die auf streifenförmigen Sensoren beruht. Ist die Streifenbreite gleich dem Durchmesser der Sensoren aus Teilbild a), so ist die Steigerung der Sensitivität zwar etwas geringer, allerdings lässt sich diese Geometrie etwas einfacher herstellen.

In Abbildung 4.8c) ist die Leiterschleife nicht planar, sondern formt eine Detektionsspule, die um einen streifenförmigen Sensor 'gewunden' ist. Das externe Magnetfeld ist in dieser Anordnung parallel zur Zeichenebene. Die supraleitende Detektionsspule ist nicht Teil der Leiterschleife des SQUID-Magnetometers, sondern supraleitend mit einer zweiten Spule verbunden, die magnetischen Fluss in das SQUID-Magnetometer einkoppeln kann. Da der magnetische Fluss in diesem vollständig supraleitenden Stromkreis konstant ist, führt eine Änderung des magnetischen Flusses in der Detektionsspule $\delta\Phi_P$ zu einer Stromänderung $\delta I = -\delta\Phi_P/(L_P + L_I)$ durch die Spulen, wobei L_P und L_I für die Induktivität der Detektionsspule bzw. der Einkoppelspule stehen. Ist die Gegeninduktivität zwischen Einkoppelspule (L_I) und SQUID (L_S) durch die Größe $M_{is} = k\sqrt{L_I L_S}$ mit der dimensionslosen Kopplungskonstante $k \lesssim 1$ gegeben, so beträgt die Flussänderung im SQUID-Magnetometer $\delta\Phi_S = \delta\Phi_P M_{is}/(L_P + L_I) \lesssim \delta\Phi_P 0,5\sqrt{L_S/L_P}$. Um eine optimale Kopplung zu gewährleisten, sollten daher alle Induktivitäten aneinander angepasst werden.

Auch diese Geometrie (4.8c) kann in Prozessen der Mikrofabrikation hergestellt werden. Der effektive Radius der Spule kann dabei sehr klein gehalten werden. Ein weiterer großer Vorteil dieser Geometrie ist, dass jeder Teil des Sensors in allen Windungen der Spule eine Flussänderung gleichen Vorzeichens bewirkt. Daher sind mit dieser Geometrie besonders große Steigerungen der Sensitivität $S = \delta\Phi/\delta E$ zu erwarten.

Die Geometrien in den Abbildungen 4.8d) und 4.8e) verwenden ebenfalls die indirekte Kopplung über einen vollständig supraleitenden Stromkreis. Das externe Magnetfeld wird hier jedoch nicht von einer zusätzlichen Spule erzeugt, sondern von der Detektionsspule selbst. Dazu präpariert man den Aufbau so, dass ein verhältnismäßig hoher Strom I_0 im supraleitenden Kreis der Detektionsspule und der Einkoppelspule fließt. Ändert sich nun die Magnetisierung des Sensormaterials, so ändert sich der Strom durch die beiden Spulen um $\delta I = \delta\Phi_P/(L_P + L_I)$ und bewirkt, wie oben diskutiert, eine Flussänderung im SQUID-Magnetometer.

Der Vorteil dieser Geometrie mit planarer Detektionsspule ist, dass man die Sensoren

zeilenweise in Magnetfeldern wechselnder Polarität betreiben kann. Daher kann sich die Flussänderung, die ein einzelner Sensor in seiner Detektionsspule erzeugt, zum Teil positiv mit den Flussänderungen überlagern, die sein Fernfeld in benachbarten Leiterschleifen erzeugt. Im Gegensatz zu den Geometrien aus Teilbild a) und b) wirkt sich eine dichte Packung der Sensoren hier vorteilhaft aus.

Inwiefern sich die im vorherigen Abschnitt berechnete Sensitivität eines Detektors mit *einem* Sensor durch die Verwendung der hier vorgestellten Geometrien steigern lässt, hängt vor allem vom Verhältnis aus dem optimalen Radius (Tabelle 4.1) und der minimal realisierbaren Strukturgröße r_{\min} ab.

Das Beispiel aus Tabelle 4.1 bezog sich auf einen Detektor, der bei $T = 50$ mK arbeitet und dessen Absorber eine Wärmekapazität von $C_{\text{Abs}} = 1$ pJ/K und eine Fläche von $250 \mu\text{m} \times 250 \mu\text{m}$ besitzt. Der optimale Sensor hatte einen Radius von $r_{\text{opt}} = 26 \mu\text{m}$. Mit modernen Mikrofabrikationsprozessen wären zehnmal kleinere Radien ($r_{\min} \simeq 2,6 \mu\text{m}$) durchaus zuverlässig herstellbar. Das heißt, dass man die Sensitivität aus Tabelle 4.1 durch den Einsatz alternativer Geometrien etwa um einen Faktor 10 steigern könnte. Um das Sensorvolumen in etwa konstant zu halten wären dabei ca. 1000 kleinere Sensoren nötig. Unter der Annahme einer relativ dichten Packung (Abb. 4.8d-e) nehmen diese Sensoren eine Fläche von etwa $220 \mu\text{m} \times 220 \mu\text{m}$ ein, die mit der Absorberfläche noch verträglich ist.

Zum Abschluss dieser Diskussion scheinen hier drei Bemerkungen angebracht zu sein:

- Die in den vorherigen Abschnitten hergeleitete Sensitivität $S = \delta\Phi/\delta E$ eines magnetischen Kalorimeters mit *einem* Sensor sollte in vielen Anwendungen ausreichen, um das Signal des Detektors bzw. sein intrinsisches Rauschen über das intrinsische Rauschen des SQUID-Magnetometers anzuheben (siehe Kapitel 5).
- Falls dies nicht der Fall ist, kann durch die Verwendung der hier vorgestellten Sensorgeometrien die Sensitivität des Detektors gesteigert werden. Dabei muss allerdings darauf geachtet werden, dass das intrinsische magnetische Flussrauschen des SQUID-Magnetometers aufgrund der steigenden Induktivität L_S nicht stärker anwächst als die Sensitivität des Detektors.
- Für große Röntgenenergien ist die notwendige Dicke des Absorbers verhältnismäßig groß. In diesen Fällen könnte es sein, dass die Aufteilung des Sensorvolumens auf $N = (r/r_{\min})^3$ kleinere Sensoren mit demselben Gesamtvolumen nicht möglich ist, da die Fläche des Absorbers nicht ausreicht. Die erzielbare Sensitivität des Detektors ist dementsprechend kleiner.

5. Energieauflösung magnetischer Kalorimeter

In den bisherigen Kapiteln dieser Arbeit wurde gezeigt, dass man die thermodynamischen Eigenschaften magnetischer Kalorimeter auf zuverlässige Weise theoretisch beschreiben kann, und dass man das vorgeschlagene Modell zur Optimierung des Detektordesigns hinsichtlich der Signalgröße einsetzen kann. Die bisher geführte Diskussion macht allerdings keine Aussage über die Energieauflösung magnetischer Kalorimeter. Insbesondere stellt sich hier die Frage, ob magnetische Kalorimeter eine fundamentale Grenze der Energieauflösung besitzen, und wenn ja, bei welchem Wert diese Limitierung liegt.

Die Energieauflösung eines magnetischen Kalorimeters kann durch eine Reihe von Ursachen beeinträchtigt sein. Zu diesen zählen z.B. Schwankungen der Arbeitstemperatur oder des äußeren Magnetfeldes, Störungen des Messsignals durch Vibrationen des Detektoraufbaus und elektromagnetisches Übersprechen von hoch- und niederfrequenten Apparaturen und Sendern in der Umgebung. Diese Gruppe von Störungen hängt vor allem von der Sorgfalt beim Aufbau des Detektors ab und sollte keine fundamentale Limitierung der Energieauflösung zur Folge haben.

Es existieren allerdings drei Quellen des Rauschens, die sehr eng mit dem gewählten Detektionsprinzip verknüpft sind und daher die Energieauflösung des Kalorimeters auf fundamentale Weise einzuschränken könnten. Diese sind das magnetische Johnson-Rauschen des Sensors (Abschnitt 3.6), das intrinsische Rauschen des magnetischen Flusses des SQUID-Magnetometers (Abschnitt 7.2.1), und die thermodynamischen Energiefluktuationen zwischen den Subsystemen des Kalorimeters und dem Wärmereservoir.

Da Energiefluktuationen in einem kalorimetrischen Detektor unabwendbar sind, wird in den folgenden Abschnitten zunächst ihr Einfluss auf die Energieauflösung hergeleitet. Dies geschieht in zwei Schritten. In Abschnitt 5.1 wird ein sehr stark vereinfachtes und idealisiertes Modell des magnetischen Kalorimeters vorgestellt. In diesem Modell lässt sich zwar die Grundidee der hier vorgestellten Diskussion besonders gut darstellen, allerdings macht das Modell keine sinnvolle Aussage über die Energieauflösung eines realen magnetischen Kalorimeters.

Das im zweiten Schritt verwendete Modell gibt das thermodynamische Verhalten eines magnetischen Kalorimeters sehr viel besser wieder. Dieses Modell erlaubt daher auch eine realistische Berechnung der maximal erreichbaren Energieauflösung magnetischer Kalorimeter.

5.1 Der Detektor als kanonisches Ensemble

Um die Funktionsweise eines Detektors zu erklären, der mit Hilfe eines kalorimetrischen Messprinzips die Energie einzelner Röntgenquanten misst, verwendet man häufig ein einfaches kanonisches Ensemble als Modell (siehe Abb. 5.1a). Der Detektor besteht dabei aus einem Absorber mit der Wärmekapazität C , welcher über eine thermische Ankopplung

der Wärmeleitfähigkeit G mit einem Wärmereservoir der Temperatur T verbunden ist. Als weitere Eigenschaft des Modells soll hier angenommen werden, dass die innere Energie des Absorbers beliebig schnell und mit beliebiger Genauigkeit gemessen werden kann¹.

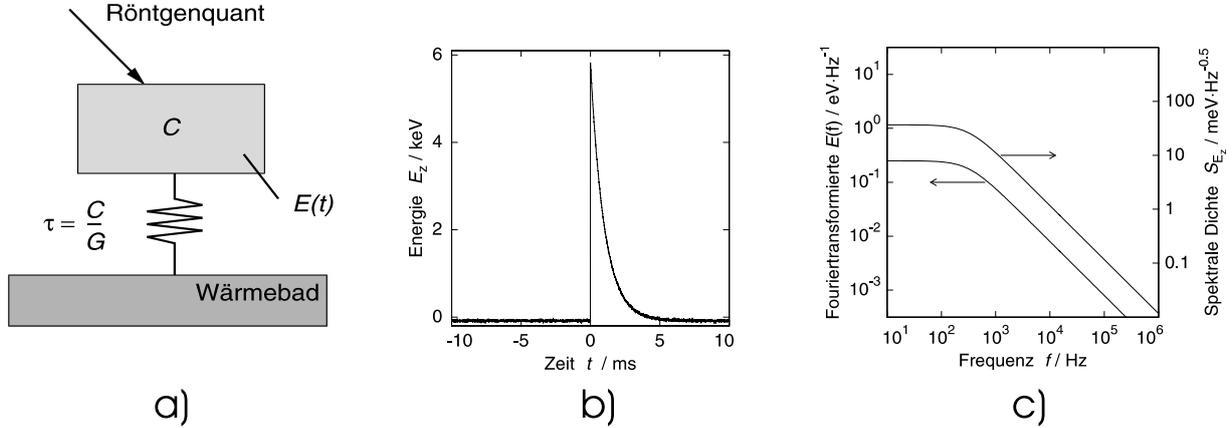


Abb. 5.1: (a) Modell eines Detektors, der nur aus einem thermodynamischen System besteht. (b) Signalverlauf $E(t)$ nach der Absorption eines Röntgenquants der Energie $E = 5,9 \text{ keV}$. (c) Fourier-Spektrum des Signals, $\tilde{E}(f)$ (linke Achse), und spektrale Dichte des Rauschens, $\sqrt{S_E(f)}$ (rechte Achse).

In einem kanonischen Ensemble ist der Wert der inneren Energie keine exakt definierte Größe, sondern schwankt um seinen Mittelwert mit der Standardabweichung

$$\Delta E_{\text{rms}} = \sqrt{k_B C T^2} \quad , \quad (5.1)$$

die sich z.B. aus der Definition der Wärmekapazität in der Statistischen Physik gewinnen lässt. Aufgrund der endlichen Wärmeleitfähigkeit G und der Wärmekapazität C des kanonischen Ensembles ist der zeitliche Verlauf dieser Energiefluktuationen auf Frequenzen beschränkt, die kleiner sind als die Frequenz $f = 1/2\pi\tau$, wobei $\tau = C/G$ die charakteristische Zeitkonstante des Systems darstellt. Die spektrale Dichte der Energiefluktuationen, $\sqrt{S_E}$, ist durch den Ausdruck

$$S_E(f) = k_B C T^2 \frac{4\tau}{1 + (2\pi f \tau)^2} \quad (5.2)$$

gegeben und in Abbildung 5.1c (rechte Achse) dargestellt. Die Integration der Größe S_E , $\int_0^\infty S_E(f) df$, ergibt gerade die Standardabweichung des Energieinhalts eines kanonischen Ensembles ΔE_{rms} aus Gleichung 5.1.

¹An dieser Stelle sei angemerkt, dass die Annahme einer beliebig schnellen Energiemessung das Modell unrealistisch macht. Mit einem magnetischen Kalorimeter misst man über den magnetischen Fluss sehr präzise das magnetische Moment m des paramagnetischen Sensors. Dieses ist über $E = -B \cdot m$ mit dem Energieinhalt des Kalorimeters verknüpft. Das heißt, die besonders genaue Energiemessung ist nicht apriori unrealistisch.

Wird ein Röntgenquant der Energie E_γ im Detektor absorbiert, so steigt die mittlere innere Energie des Kalorimeters instantan um den Wert $\Delta E = E_\gamma$ und relaxiert anschließend mit der Zeitkonstante τ zurück zu ihrem Ausgangswert:

$$\Delta E(t) = E_\gamma \exp -t/\tau . \quad (5.3)$$

Der zeitliche Verlauf der inneren Energie ist in Abbildung 5.1b dargestellt.

Um das Signal bei der Absorption eines Röntgenquants mit der Größe der Energiefluktuationen vergleichen zu können, ist es sinnvoll, die Fouriertransformierte des Signals zu betrachten. Diese ist gegeben durch

$$|\tilde{E}(f)| = E_\gamma \frac{2\tau}{\sqrt{1 + (2\pi f\tau)^2}} \quad (5.4)$$

und in Bild 5.1c (linke Achse) dargestellt².

Vergleicht man die Beziehungen 5.2 und 5.4 miteinander, bzw. betrachtet man Bild 5.1c, so erkennt man, dass das Signal-zu-Rauschen-Verhältnis, SNR ,³ über den gesamten Frequenzbereich hinweg konstant ist:

$$SNR(f) \propto \frac{\tilde{E}(f)\Delta f}{\sqrt{S_E(f)\Delta f}} = \text{const.} . \quad (5.5)$$

In einem Gedankenexperiment können wir den Frequenzbereich von $f = 0$ bis $f = \infty$ in Frequenzintervalle der Breite Δf unterteilen. In jedem dieser Frequenzintervalle kann man eine Messung der Energie des absorbierten Röntgenquants durchführen, die von den Messungen in den übrigen Frequenzintervallen statistisch unabhängig ist. Wegen des konstanten Signal-zu-Rauschen-Verhältnisses ist die Unsicherheit $\Delta E([f_i, f_i + \Delta f])$ dieser Messungen außerdem unabhängig von der Frequenz. Mittelt man eine Anzahl N dieser Energiemessungen, so nimmt die Unsicherheit der gemittelten Energiemessung proportional zu $1/\sqrt{N}$ ab. Im hier betrachteten Modell gibt es daher keine Limitierung der Energieauflösung.

Zusammenfassend lässt sich an dieser Stelle sagen: Die Energieauflösung eines kalorimetrischen Detektors nimmt proportional zur Quadratwurzel aus der verwendeten Bandbreite $N\Delta f$ zu. In der Realität ist die nutzbare Bandbreite jedoch beschränkt und die erzielbare Energieauflösung daher endlich, wie der nächste Abschnitt zeigen wird.

5.2 Detektormodell mit diskreten Subsystemen

Ein Modell, das die thermodynamischen Eigenschaften des Detektors bereits sehr gut beschreibt, ist in Abbildung 5.2 dargestellt. Der Detektor wird in diesem Modell in zwei Systeme unterteilt.

²In der gesamten Diskussion werden wir die Angabe der Fouriertransformierten jeweils auf positive Frequenzen beschränken. Dies erklärt z.B. den Faktor '2' im Zähler von (5.4).

³Abgeleitet vom englischen Begriff *Signal to Noise Ratio*.

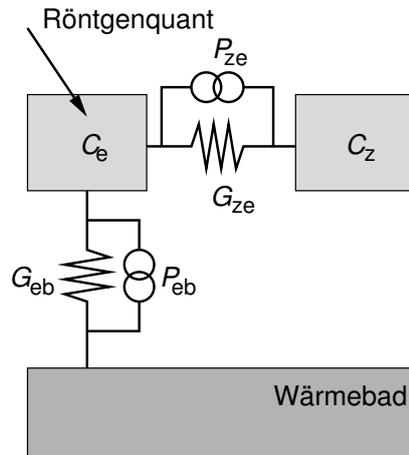


Abb. 5.2: Modell eines magnetischen Kalorimeters mit zwei Subsystemen.

Das linke System beschreibt die Leitungselektronen des Absorbers und des Sensors und hat eine Wärmekapazität C_e . Es soll hier angenommen werden, dass das Elektronensystem nach der Absorption eines Röntgenquants instantan thermalisiert. Diese Annahme lässt sich durch die Diskussion der Thermalisierung eines magnetischen Kalorimeters in Abschnitt 3.5 rechtfertigen.

Das rechte System beschreibt das Zeeman-System der magnetischen Momente des Sensors. Der Energieinhalt $E_z(t)$ dieses Systems kann sehr präzise gemessen werden. Er ist proportional zum magnetischen Fluss im SQUID-Magnetometer: $E_z(t) = -m(t)B \propto \Phi(t)$.

Das System der Elektronen ist sowohl mit dem Zeeman-System als auch mit dem Wärmereservoir thermisch verbunden. Die dabei auftretenden Wärmeleitfähigkeitskoeffizienten sind G_{ze} und G_{eb} (siehe Bild 5.2)

Um die erreichbare Energieauflösung des Detektors im hier vorgestellten Modell berechnen zu können, werden im nächsten Abschnitt die Energiefluktuationen des Zeeman-Systems und die Punktantwort-Funktion des Detektors diskutiert.

5.2.1 Signal und Energiefluktuationen

Die spektrale Dichte der Energiefluktuationen des Zeeman-Systems, $\sqrt{S_{E_z}}$, kann z.B. anhand des in Abbildung 5.2 gezeigten Ersatzschaltbildes berechnet werden. Hier sind parallel zu den thermischen Verbindungen G_{ze} und G_{eb} die beiden Rauschquellen P_{ze} und P_{eb} eingezeichnet. Diese beschreiben die Fluktuationen des Wärmeflusses durch die thermischen Kopplungen. Analog zum Stromrauschen eines Widerstandes ist das Leistungsspektrum dieser Fluktuationen:

$$S_{P_{ze}}(f) = 4k_B T^2 G_{ze} \quad (5.6)$$

$$S_{P_{eb}}(f) = 4k_B T^2 G_{eb} \quad (5.7)$$

Die Differentialgleichung, die den Wärmefluss in das Zeeman-System beschreibt, nimmt damit die Form

$$C_z \dot{T}_z = -(T_z - T_e)G_{ze} + P_{ze}(t) \quad (5.8)$$

an. Die entsprechende Gleichung für das Elektronensystem lautet

$$C_e \dot{T}_e = -(T_e - T_z)G_{ze} - (T_e - T)G_{eb} - P_{ze}(t) - P_{eb}(t) + \dot{Q}(t) . \quad (5.9)$$

Hierin stehen die Größen T_z , T_e und T_b für die Temperaturen des Zeeman-Systems, des Elektronensystems und des Wärmereservoirs. Eine von außen in das Kalorimeter eingetragene Leistung, wie z.B. die Absorption eines Röntgenquants, geht in Form von $\dot{Q}(t)$ in die Gleichungen ein. Bei der Diskussion der Energiefluktuationen soll zunächst noch $\dot{Q}(t) = 0$ gelten.

Zur Berechnung der spektralen Dichte der Energiefluktuationen transformiert man die Gleichungen 5.8 und 5.9 in den Fourier-Raum und beachtet desweiteren, dass die beiden Rauschbeiträge P_{ze} und P_{eb} inkohärent in die Rechnung eingehen. Auf diese Weise erhält man für das Leistungsspektrum der Energiefluktuationen den Ausdruck

$$S_{Ez}(f) = k_B C_z T^2 \left(\alpha_0 \frac{4\tau_0}{1 + (2\pi\tau_0 f)^2} + \alpha_1 \frac{4\tau_1}{1 + (2\pi\tau_1 f)^2} \right) , \quad (5.10)$$

mit den charakteristischen Zeitkonstanten des Systems

$$\tau_{0/1} = \frac{1}{2} \frac{C_e G_{ze} + C_z (G_{ze} + G_{eb})}{G_{ze} G_{eb}} \mp \sqrt{\left(\frac{C_e G_{ze} + C_z (G_{ze} + G_{eb})}{G_{ze} G_{eb}} \right)^2 - 4 \frac{C_z C_e}{G_{ze} G_{eb}}} , \quad (5.11)$$

die man z.B. aus den Lösungen des charakteristischen Polynoms der Differentialgleichungen 5.8 und 5.9 gewinnen kann. Die hier verwendeten und dimensionslosen Größen α_0 und α_1 sind ähnlich unhandliche Ausdrücke der Parameter C_e , C_z und $\tau_{0/1}$, erfüllen aber die einfache Beziehung $\alpha_0 + \alpha_1 = 1$. Für die im Folgenden relevanten Situationen ($C_e \simeq C_z$, $\tau_0 \ll \tau_1$) können die Näherungen

$$\alpha_0 \simeq 1 - \beta \quad (5.12)$$

$$\alpha_1 \simeq \beta \quad (5.13)$$

mit

$$\beta = \frac{C_z}{C_e + C_z} \quad (5.14)$$

verwendet werden. Der Parameter β gibt dabei den relativen Anteil der Wärmekapazität des Zeeman-Systems an der Gesamtwärmekapazität an und wird im Folgenden noch häufiger verwendet werden.

Das Spektrum der Energiefluktuationen, $\sqrt{S_{Ez}}$, setzt sich aus zwei stufenförmigen Anteilen zusammen, deren Plateaus durch die Werte $\sqrt{4k_B C_z T^2 \tau_1 \beta}$ für die niederfrequente Stufe und $\sqrt{4k_B C_z T^2 \tau_1 (1 - \beta)}$ für die hochfrequente Stufe gegeben sind. Das Integral der Größe S_{Ez} ergibt, wie erwartet, die Standardabweichung der Energiefluktuationen des Zeeman-Systems

$$\int_0^{\infty} S_{Ez} df = k_B C_z T^2 , \quad (5.15)$$

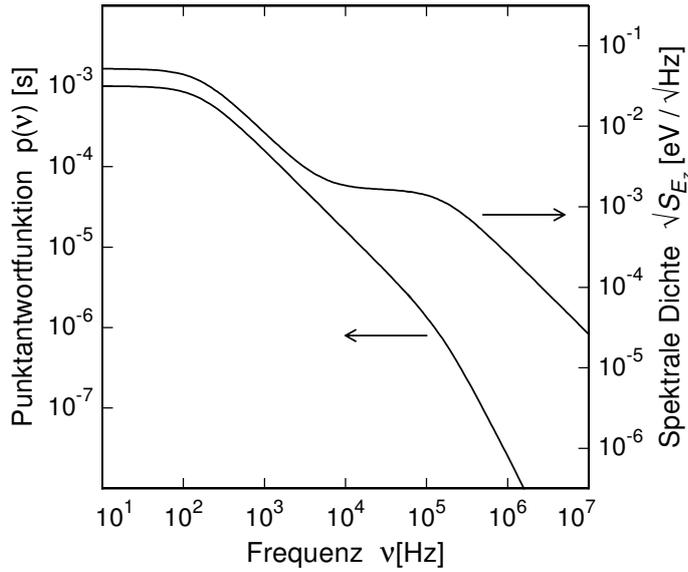


Abb. 5.3: Spektrum der Punktwortfunktion $\tilde{p}(f)$ und spektrale Dichte des Rauschens $\sqrt{S_{Ez}(f)}$ eines magnetischen Kalorimeters mit $C_e = C_z = 1 \text{ pJ/K}$, $T = 50 \text{ mK}$, $\tau_0 = 1 \mu\text{s}$ und $\tau_1 = 1 \text{ ms}$.

die nur von dessen Wärmekapazität und der Temperatur des Wärmereservoirs abhängt.

Abbildung 5.3 zeigt die spektrale Dichte des Rauschens, $\sqrt{S_{Ez}}$, eines Detektors, der bei einer Temperatur von 50 mK betrieben wird und die Wärmekapazitäten $C_z = C_e = 1 \text{ pJ/K}$ besitzt. Für die Zeitkonstanten wurden die Werte $\tau_0 = 1 \mu\text{s}$ und $\tau_1 = 1 \text{ ms}$ gewählt.

Auch der Verlauf des Detektorsignals $\Delta\Phi(t) \propto \Delta E_z(t)$ nach der Absorption eines Röntgenquants kann aus den Differentialgleichungen 5.8 und 5.9 berechnet werden. Dabei wird das Wärmeflussrauschen P_{ze} und P_{eb} vernachlässigt und die von außen in das Elektronensystem eingetragene Leistung nimmt die Form

$$\dot{Q}(t) = E_\gamma \delta(t) \quad (5.16)$$

an, mit der Dirac-Delta-Funktion $\delta(t)$, die hier die physikalische Einheit s^{-1} besitzt.

Der zeitliche Verlauf der Energie des Spinsystems ist proportional zur Punktwortfunktion $p(t)$ des Systems, und man erhält

$$E_z(t) = E_\gamma p(t) = E_{z,0} (e^{-t/\tau_1} - e^{-t/\tau_0}) \quad (5.17)$$

Die Energie $E_z(t)$ steigt mit einer Zeitkonstante τ_0 an, durchläuft ein Maximum und relaxiert anschließend mit einer längeren Zeitkonstante τ_1 gegen ihren Ausgangswert. Sind die Zeitkonstanten sehr unterschiedlich, $\tau_0 \ll \tau_1$, so gilt $E_{z,0} \simeq \beta E_\gamma$.

Für die nun folgende Diskussion des Signal-zu-Rauschen-Verhältnisses soll wieder in den Frequenzraum gewechselt werden. Für das Frequenzspektrum $|\tilde{p}(f)|$ der Punktwortfunktion aus 5.17 findet man den Ausdruck

$$|\tilde{p}(f)| \simeq \frac{2\tau_1\beta}{\sqrt{1 + (2\pi f\tau_0)^2} \sqrt{1 + (2\pi f\tau_1)^2}} \quad (5.18)$$

Hier wurde aus Gründen der Übersichtlichkeit wiederum nur die Näherung für den Fall $\beta \simeq 0,5$ und $\tau_0 \ll \tau_1$ angegeben. In Abbildung 5.3 ist das Spektrum der Punktwortfunktion des gerade betrachteten Detektors ($C_z = C_e = 1 \text{ pJ/K}$, $T = 50 \text{ mK}$, $\tau_0 = 1 \mu\text{s}$ und

$\tau_1 = 1 \text{ ms}$) dargestellt. Es ist bei kleinen Frequenzen konstant, fällt oberhalb der Frequenz $f_1 = 1/(2\pi\tau_1)$ proportional zu f^{-1} und verschwindet oberhalb der Frequenz $f_0 = 1/(2\pi\tau_0)$ mit f^{-2} .

Man beachte, dass das Spektrum der Punktantwortfunktion und das der Energiefluktuationen ein qualitativ unterschiedliches Frequenzverhalten zeigen. Während die spektrale Dichte der Energiefluktuationen bei einer Frequenz f_{eff} ($f_1 < f_{\text{eff}} < f_0$) in ein zweites Plateau mündet, nimmt die Punktantwort an dieser Stelle weiterhin mit $\tilde{p}(f) \propto f^{-1}$ ab.

Das Signal-zu-Rauschen-Verhältnis, $SNR(f) = |\tilde{p}(f)|^2/S_{Ez}$, ist nur bis zu einer Frequenz f_{eff} konstant, und fällt oberhalb dieser Frequenz proportional zu f^{-1} . Es folgt der Funktion

$$SNR^2(f) = \frac{SNR_0^2}{1 + (f/f_{\text{eff}})^2} \quad (5.19)$$

mit einem niederfrequentem Plateau der Größe

$$SNR_0^2 = \frac{1}{k_B T^2} \frac{G_{ze}}{G_{\text{eb}}(G_{\text{eb}} + G_{ze})} \simeq \frac{\beta\tau_1}{k_B C_z T^2} \quad (5.20)$$

und der effektiv nutzbaren Bandbreite

$$f_{\text{eff}} = \frac{1}{2\pi C_e} \sqrt{G_{\text{eb}} G_{ze} \left(1 + \frac{G_{\text{eb}}}{G_{ze}}\right)} \simeq \sqrt{f_0 f_1} \sqrt{\frac{\beta}{1 - \beta}} . \quad (5.21)$$

Für den Fall $\beta = 0,5$ entspricht diese Bandbreite gerade dem geometrischen Mittel der beiden charakteristischen Frequenzen $f_{0/1} = 1/(2\pi\tau_{0/1})$. Die angegebenen Näherungen gelten in der Situation $\beta \simeq 0,5$ und $\tau_0 \ll \tau_1$.

5.2.2 Optimales Filtern

Die Energieauflösung eines Detektors zum Nachweis von einzelnen Röntgenquanten ist eng mit dem Verfahren verknüpft, das verwendet wird, um aus den einzelnen Detektorsignalen eine Abschätzung der Energie zu gewinnen. Im folgenden wird ein solches Verfahren vorgestellt, und die erreichbare Energieauflösung diskutiert. Das Verfahren beruht auf der Idee des optimalen Filterns (optimal filtering). Man nimmt dabei an, dass sich das Detektorsignal $e(t) \equiv E_z(t)$ nach der Absorption eines Röntgenquants aus zwei Beiträgen zusammensetzt:

$$e(t) = E_\gamma p(t) + n(t) . \quad (5.22)$$

Der Beitrag $E_\gamma p(t)$ beschreibt die ungestörte Antwort des Detektors mit der Punktantwortfunktion $p(t)$. Der Anteil $n(t)$ gibt die thermodynamischen Energiefluktuationen des Spinsystems wieder.

Betrachtet man die Situation im Fourier-Raum, und zerlegt man dabei den Frequenzraum in äquidistante Intervalle der Breite Δf , so erhält man für die Fourierkomponenten \tilde{e}_i in den Frequenzintervallen $[i\Delta f, (i+1)\Delta f]$ die Werte

$$\tilde{e}_i = E_\gamma \tilde{p}_i + \tilde{n}_i . \quad (5.23)$$

Hierin ist $E_\gamma \tilde{p}_i$ der Beitrag des ungestörten Detektorsignals. Er ist proportional zur Energie des absorbierten Röntgenquants und zu den Fourierkomponenten $\tilde{p}_i = \tilde{p}(f_i)\Delta f$ der Punktantwort-Funktion. Der Beitrag der thermodynamischen Energiefluktuationen \tilde{n}_i ist für jedes Einzelsignal unterschiedlich. Die Standardabweichung der Größen \tilde{n}_i ist jedoch bekannt und durch die spektrale Dichte der Energiefluktuationen $S_{\text{Ez}}(f_i)\sqrt{\Delta f}$ gegeben.

In jedem dieser Frequenzintervalle kann man eine Abschätzung E_i der Energie des absorbierten Röntgenquants erhalten, indem man die Fourierkomponenten \tilde{e}_i auf die Werte der Punktantwort \tilde{p}_i projiziert und durch deren Betrag teilt:

$$E_i = \frac{\text{Re} \tilde{p}_i^* \tilde{e}_i}{|\tilde{p}_i|^2} = E_\gamma + \frac{\text{Re} \tilde{p}_i^* \tilde{n}_i}{|\tilde{p}_i|^2}. \quad (5.24)$$

Um eine gute Abschätzung der Energie des Röntgenquants zu erhalten, möchte man nun über möglichst viele dieser Einzelabschätzungen mitteln. Da die einzelnen Beiträge jedoch unterschiedlich stark verrauscht sind, führt man bei der Methode des optimalen Filterns eine gewichtete Mittelung durch (siehe z.B. [Mos84]),

$$E = \sum_i w_i E_i, \quad (5.25)$$

mit den Wichtungskoeffizienten

$$w_i = \frac{1}{\sum_i SNR_i^2} SNR_i^2. \quad (5.26)$$

Die Koeffizienten w_i sind normiert, $\sum_i w_i = 1$, und geben denjenigen Fourierkomponenten das stärkste Gewicht, die das größte Signal-zu-Rauschen-Verhältnis $SNR_i^2 = SNR^2(f_i)\Delta f$ besitzen.

Die Standardabweichung der Energieabschätzung E aus Gleichung 5.25 ist ein Maß für die Energieauflösung des Detektors. Sie kann mit Hilfe der Gesetze der Statistik und der Beziehungen 5.24-5.26 berechnet werden. Aufgrund der Konstruktion der Wichtungsfaktoren und der Tatsache, dass die Varianz jeder Fourierkomponente des Rauschens durch $\text{Var}(\tilde{n}_i) = S_{\text{Ez}}(f_i)\Delta f$ gegeben ist, erhält man den einfachen Ausdruck

$$\Delta E_{\text{rms}} = \left(\int_0^\infty SNR^2(f) df \right)^{-1/2}. \quad (5.27)$$

Setzt man das Signal-zu-Rauschen-Verhältnis aus Gleichung 5.19 in diese Beziehung ein, so erhält man für die Energieauflösung eines kalorimetrischen Detektors:

$$\Delta E_{\text{rms}} = \sqrt{4k_B T^2 C_e} \left(\frac{G_{\text{eb}}}{G_{\text{ze}}} + \frac{G_{\text{eb}}^2}{G_{\text{ze}}^2} \right)^{1/4}. \quad (5.28)$$

Dieses Ergebnis ist im Rahmen des Modells exakt, d.h. es ist für alle Werte von β , τ_0 und τ_1 gültig. In der gewählten Darstellung ist die Energieauflösung eine Funktion der Wärmeleitfähigkeitskoeffizienten G_{ze} und G_{eb} . Sie hat einen endlichen Wert, der proportional

zu den Energiefluktuationen eines kanonischen Ensembles $\sqrt{k_B C_e T^2}$ und dem Verhältnis $(G_{\text{eb}}/G_{\text{ze}})^{1/4}$. Das Ergebnis suggeriert außerdem, dass man die Energieauflösung eines Detektors bei vorgegebener Wärmekapazität C_e beliebig verbessern kann, indem man die thermische Kopplung G_{ze} zwischen Absorber (Elektronen) und Thermometer (Spins) entsprechend erhöht.

5.2.3 Optimierung der Energieauflösung

Die Diskussion der Thermalisierungsprozesse magnetischer Kalorimeter in Abschnitt 3.5 ergab, dass die Anstiegszeit des Detektorsignals nach der Absorption eines Röntgenquants durch die Elektron-Spin-Relaxationszeit dominiert wird. Ihre Temperaturabhängigkeit lässt sich mit Hilfe der Korringa-Relation, $\tau_K T = \kappa$, beschreiben. Daher erscheint es für die Diskussion der Energieauflösung magnetischer Kalorimeter sinnvoll, die Beziehung (5.28) als Funktion der Zeitkonstanten τ_0 und τ_1 und der Wärmekapazitäten C_e und C_z auszudrücken. Das Ergebnis dieser Umformung ist ein unhandlicher Ausdruck, der hier in Form einer Näherung für die relevanten Fälle $\beta \simeq 1/2$ und $\tau_0 \ll \tau_1$ angegeben wird:

$$\Delta E_{\text{FWHM}} \simeq 2,35 \sqrt{4k_B T^2 C_e} \left(\frac{1}{\beta(1-\beta)} \frac{\tau_0}{\tau_1} \right)^{1/4}. \quad (5.29)$$

Der zusätzlich auftretende Zahlenwert 2,35 berücksichtigt hier die Umrechnung der Standardabweichung der Energieverteilung auf die Halbwertsbreite (FWHM⁴), unter der Annahme, dass die instrumentelle Verbreiterung einer Gauß-Verteilung folgt.

Im Fall sehr kleiner Erbium-Konzentrationen ($C_e \gg C_z$) ist die Anstiegszeit τ_0 des Signals durch die Zeitkonstante τ_K aus der Korringa-Relation gegeben, $\tau_0 = \tau_K$. Ist die Wärmekapazität C_z der magnetischen Momente jedoch vergleichbar oder größer als die Wärmekapazität der Elektronen, so ist die Anstiegszeit τ_0 kürzer als die Zeitkonstante τ_K . In diesem Fall findet man den Zusammenhang $\tau_0 = (1-\beta)\tau_K$. Er folgt aus der Tatsache, dass das Ansteigen der Temperatur im Zeeman-System gleichzeitig ein Abkühlen der Elektronen-Temperatur bedeutet. Das gemeinsame Gleichgewicht wird daher schneller erreicht. Die Beziehung (5.29) nimmt somit die Form

$$\Delta E_{\text{FWHM}} \simeq 2,35 \sqrt{4k_B T^2 C_e} \left(\frac{1}{\beta} \frac{\tau_K}{\tau_1} \right)^{1/4} \quad (5.30)$$

an.

Der Ausdruck 5.30 für die Energieauflösung magnetischer Kalorimeter lässt eine Reihe wichtiger Aussagen ableiten:

- Die Energieauflösung eines magnetischen Kalorimeters ist aufgrund der thermodynamischen Energiefluktuationen zwischen den Subsystemen des Detektors auf endliche Werte beschränkt.

⁴Abkürzung aus dem Englischen: Full Width at Half Maximum

- Die Energieauflösung ist umso besser, je kürzer die 'Korringa-Zeitkonstante' τ_K des Sensormaterials ist, und je länger die Abklingzeit τ_1 des Detektorsignals gewählt wird. Hierbei ist jedoch zu beachten, dass sich lange Abklingzeiten τ_1 negativ auf die erreichbare Zählrate auswirken.
- Bei festgehaltenen Zeitkonstanten τ_K und τ_1 erreicht die Energieauflösung im Limes $\beta \rightarrow 1$ ein Minimum. Aus den folgenden beiden Gründen ist es nahezu unmöglich dieses Optimum im Experiment zu realisieren. *i)* Für $\beta \rightarrow 1$ wird die beobachtete Anstiegszeit τ_0 klein, und mit ihr auch der Plateauwert der hochfrequenten Stufe der spektralen Dichte des Rauschens. Das Sinken dieses Plateauwertes ist dabei eine notwendige Voraussetzung für die Steigerung der Energieauflösung. Allerdings wird der Wert des Rauschens sehr schnell so klein, dass das intrinsische Flussrauschen des Magnetometers unterschritten wird. Eine weitere Erhöhung von β führt dann zu einer schlechteren Energieauflösung. *ii)* Die Anstiegszeit magnetischer Mikrokalorimeter ist zwar von der Elektron-Spin-Relaxationszeit dominiert, allerdings ist die Thermalisierung der Leitungselektronen durch thermische Diffusion nur um weniger als eine Größenordnung schneller. Im Limes $\beta \rightarrow 1$ wird daher eine der Voraussetzungen dieser Optimierungsrechnung verletzt. Auch wenn die Berechnungen in diesem Fall nicht mehr exakt stimmen, so gibt dennoch Beziehung (5.29) mit fester Anstiegszeit τ_0 einen Hinweis, wie sich die Energieauflösung dabei verhält: Mit steigendem Wert von β durchläuft die Energieauflösung ein Minimum, und wächst im Limes $\beta \rightarrow 1$ wieder an.
- Im vorherigen Kapitel wurden in einer Optimierungsrechnung die Sensorparameter hergeleitet, die die Sensitivität $\delta\Phi/\delta E$ des Detektors maximieren. Dabei stellte sich heraus, dass die Wärmekapazität des optimalen Sensors stets doppelt so groß wie die Wärmekapazität des Absorbers ist. Da ein Großteil der Wärmekapazität des Sensors durch die Zeeman-Aufspaltung der magnetischen Momente verursacht wird, entspricht dies in guter Näherung dem Fall $\beta \simeq 2/3$. Die Energieauflösung hängt jedoch nur relativ schwach vom Parameter β ab. Daher ist ihr Wert für den Detektor mit der maximalen Sensitivität nur etwa 10% größer als im Fall $\beta \rightarrow 1$.
- Nur eine Optimierungsrechnung, die das gesamte Signal-zu-Rauschen-Verhältnis des Detektorsignals berücksichtigt, könnte eine Antwort darauf geben, bei welchem Wert von β die beste Energieauflösung des Detektors erreicht wird. Diese Rechnung würde jedoch die Einbeziehung des ultimativ erreichbaren Flussrauschens eines dc-SQUID-Magnetometers in der jeweils betrachteten Geometrie bedeuten, und hätte relativ komplexe Ergebnisse zur Folge. Da der Unterschied zwischen $\beta = 2/3$ und $\beta = 1$ nur 10% der maximal erreichbaren Energieauflösung ausmacht, wurde diese Optimierungsrechnung in der vorliegenden Arbeit nicht durchgeführt.
- In dieser erweiterten Optimierungsrechnung müsste auch die Wechselwirkung zwischen den magnetischen Momenten berücksichtigt werden. Die Einbeziehung der Wechselwirkung in die hier durchgeführte Optimierung ist jedoch nicht trivial. Der

Einfluss der Wechselwirkung auf die Signalgröße kann sehr gut durch numerische Berechnungen (siehe Abschnitt 3.3.4) beschrieben werden. Inwiefern die Wechselwirkung zwischen den magnetischen Momenten das Rauschen des Detektorsignals beeinflusst, ist momentan jedoch noch nicht geklärt. In Kapitel ?? werden wir auf diesen Punkt nochmals eingehen. Unabhängig davon bleibt die Aussage korrekt, dass die maximal erreichbare Energieauflösung magnetischer Kalorimeter im Limes schwacher Wechselwirkung ($\alpha \rightarrow 0$) durch die Beziehungen (5.29) bzw. (5.30) gegeben ist.

- Der letzte Punkt betrifft die erreichbare Zählrate. Da die Anstiegszeit $\tau_0 = (1 - \beta)\tau_K$ hauptsächlich vom ausgewählten Sensormaterial und der Temperatur abhängt, und die Wärmekapazität des Absorbers, C_e , für eine bestimmte Anwendung meist durch Arbeitstemperatur und Absorbervolumen (Detektorfläche und Quanteneffizienz) gegeben ist, bleibt vor allem die Thermalisierungszeit τ_1 als freier Parameter zur Optimierung der Energieauflösung übrig. Die Wahl einer langen Thermalisierungszeit steigert zwar die Energieauflösung, schränkt zugleich jedoch die erreichbare Zählrate des Detektors ein. Diese vermeintlich gegensätzlichen Optimierungskriterien des Detektors lassen sich z.B. durch den Einsatz einer negativen Elektro-Thermischen-Rückkopplung gemeinsam erfüllen, wie von K. Irwin bereits für Supraleitende Phasenübergangsdetektoren gezeigt wurde [Irw95].

Die Idee bei dieser Technik ist es, die natürliche Abklingzeit τ_1 des Signals verhältnismäßig lang zu wählen, um eine gute Energieauflösung zu ermöglichen, und die Signaldauer nach der Absorption eines Röntgenquants durch 'aktive' Kühlung künstlich zu reduzieren. Da sich diese aktive Kühlung im betrachteten Temperaturbereich nur schwer realisieren lässt, wird dem Sensor zunächst mit einem Heizwiderstand eine konstante Heizleistung \dot{Q} zugeführt, und dessen Temperatur somit um $\Delta T = \dot{Q}/G$ über die Temperatur des Wärmebads angehoben. Die Größe G entspricht hier dem effektiven Wärmeleitfähigkeitskoeffizienten zwischen Sensor und Wärmereservoir. Um die thermische Kopplung zwischen Heizwiderstand und Sensor zu maximieren, ist es möglich, den metallischen Sensor selbst als Heizwiderstand einzusetzen, da die Joulsche Wärme in diesem Fall direkt im System der Leitungselektronen des Sensors deponiert wird.

Verwendet man das Detektorsignal als Eingangssignal (Istwert) eines Reglers, dessen Ausgangssignal dem Heizstrom überlagert wird, so kann die Temperatur des Sensors durch negative Rückkopplung auf die vorgegebene Solltemperatur stabilisiert werden. Auf die Temperaturerhöhung des Sensors nach der Absorption eines Röntgenquants reagiert die Regelung mit einer Reduktion der Heizleistung. Bei geeigneter Wahl der Regelparameter kann die Zeitkonstante τ_{eff} der Regelung für das Erreichen der Ausgangstemperatur deutlich kürzer als die natürliche Relaxationszeit τ_1 ausfallen. Im Frequenzraum bedeutet die Verkürzung der Relaxationszeit eine Unterdrückung der niederfrequenten Fourierkomponenten des Detektorsignals. Da die Frequenzkomponenten des Rauschens in gleicher Weise reduziert werden,

bleibt das Signal-zu-Rauschen-Verhältnis unverändert und entspricht weiterhin dem Verlauf für die natürliche Abklingzeit τ_1 . Die künstliche Verkürzung des thermischen Detektorsignals hat daher in erster Ordnung keine negative Auswirkung auf die Energieauflösung des Detektors, die erreichbare Zählrate kann jedoch typischerweise um mehr als eine Größenordnung gesteigert werden.

Voraussetzung für einen erfolgreichen Einsatz der negativen Elektro-Thermischen-Rückkopplung ist, dass das Rauschen aller elektronischen Komponenten, die sich außerhalb der Regelschleife befinden (Verstärker, Analog-Digital-Wandler) kleiner ist als das Rauschen des Sensors und des Magnetometers, welches durch die Regelung bei niedrigen Frequenzen stark reduziert ist. Anderenfalls wird das Signal-zu-Rauschen-Verhältnis des aufgezeichneten Signals durch diese Komponenten reduziert, und die Energieauflösung des Detektors degradiert. Betrachtet man die Eigenschaften moderner Elektronikbauteile, so kann diese Bedingung im Allgemeinen mit vertretbarem Aufwand erfüllt werden.

5.3 Beispiel

Um ein Gefühl für die Größe der erreichbaren Energieauflösung zu vermitteln, wollen wir diese nun für den in Kapitel 4 vorgeschlagenen Detektor berechnen und diskutieren.

Der Detektor wird bei einer Temperatur von 50 mK betrieben und besitzt einen Röntgenabsorber aus Gold mit den Abmessungen $250 \times 250 \times 5 \mu\text{m}^3$. Die Wärmekapazität des Absorbers beträgt 1,1 pJ/K. Der paramagnetische Sensor des Detektors besteht aus dem Material Au:Er, ist zylinderförmig und hat eine Er-Konzentration von 900 ppm, einen Radius von $26 \mu\text{m}$ und eine Höhe von $6,5 \mu\text{m}$. Die Wärmekapazität des Sensors ist doppelt so groß wie die des Absorbers. Dies entspricht in der obigen Diskussion dem Fall $\beta \simeq 2/3$. Für die Zeitkonstanten nehmen wir hier die Werte $\tau_0 = 1 \mu\text{s}$ und $\tau_1 = 1 \text{ms}$ an. Mit Hilfe von 5.29 erhält man für die instrumentelle Linienbreite dieses Detektors den Wert $\Delta E_{\text{FWHM}} = 1,5 \text{eV}$. Dieser Wert ist um zwei Größenordnungen besser als die Energieauflösung von heute üblichen Germanium-Ionisationsdetektoren. Aufgrund der Thermalisierungszeit von $\tau_1 = 1 \text{ms}$ sollten mit diesem Detektor Zählraten bis zu etwa 100s^{-1} erreichbar sein, ohne die Energieauflösung zu beeinträchtigen.

Um den Einfluss des magnetischen Johnson-Rauschens und des Flussrauschens des SQUID-Magnetometers abschätzen zu können, müssen wir uns daran erinnern, dass die Energieauflösung durch die Existenz der hochfrequenten Stufe im Spektrum der thermodynamischen Energiefluktuationen limitiert ist. Der Wert der Energiefluktuationen in diesem Frequenzbereich kann über Gleichung (5.10) berechnet werden, und wir erhalten für den hier betrachteten Detektor eine spektrale Dichte des Rauschens von $\sqrt{S_{Ez}} \simeq 2,0 \text{meV}/\sqrt{\text{Hz}}$. Die Sensitivität dieses Detektors wurde im vorherigen Kapitel berechnet und beträgt $\partial\Phi/\partial E \simeq 0,12 \Phi_0/\text{keV}$. Damit können wir das Flussrauschen im Magnetometer berechnen, das von den Energiefluktuationen des Zeeman-Systems erzeugt wird:

$$\sqrt{S_\Phi} \simeq \beta^{-1} \sqrt{S_{Ez}} \partial\Phi/\partial E \simeq 0,36 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}.$$

Bei der Diskussion der Eigenschaften von dc-SQUID-Magnetometern in Abschnitt 7.2 wer-

den wir sehen, dass das intrinsische Flussrauschen moderner dc-SQUIDs bei Temperaturen unter 1 K deutlich geringer als der oben berechnete Beitrag der Energiefluktuationen sein kann. Das Rauschen des Magnetometers hat in diesem Fall keinen merkbaren Einfluss auf die Energieauflösung.

Im Gegensatz dazu ist der Beitrag des magnetischen Johnson-Rauschens nicht vernachlässigbar. In Kapitel 3.6 wurde der Beitrag des hier betrachteten Sensors zum Flussrauschen im Magnetometer berechnet. Es ergab sich dabei der Wert $\sqrt{S_\Phi} \simeq 0,38 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$. Das magnetische Johnson-Rauschen und der hochfrequente Anteil der Energiefluktuationen besitzen demnach nahezu denselben Wert. Da sich die beiden Beiträge inkohärent addieren, wird die hochfrequente Stufe des Rauschens durch das magnetische Johnson-Rauschen um etwa 40% erhöht. Die nutzbare Bandbreite wird um denselben Anteil reduziert. Dies hat zur Folge, dass die Energieauflösung um etwa 20% zunimmt und somit $\Delta E_{\text{FWHM}} \simeq 1,75 \text{ eV}$ beträgt.

Der Einfluss des magnetischen Johnson-Rauschens auf die Energieauflösung ist in diesem Beispiel verhältnismäßig gering. Betrachtet man jedoch Detektoren mit größeren Wärmekapazitäten, so nimmt der relative Anteil des magnetischen Johnson-Rauschens an der Energieauflösung mit steigender Wärmekapazität zu. In diesen Fällen müsste man die beiden vorgestellten Optimierungsrechnungen für die Signalgröße und die Energieauflösung zusammenfassen, und die Größe des magnetischen Johnson-Rauschens dabei berücksichtigen. Verglichen mit den optimalen Sensorparametern aus dem vorherigen Kapitel würde dies vermutlich zu einer höheren Erbium-Konzentration und zu einem etwas kleineren Sensorvolumen führen.

Es sei jedoch darauf hingewiesen, dass das magnetische Johnson-Rauschen keine grundsätzliche Limitierung der Energieauflösung magnetischer Kalorimeter bedeutet, da es durch die Wahl eines Sensormaterials mit geringer elektrischer Leitfähigkeit jederzeit stark reduziert werden kann. Sensormaterialien wie PbTe:Er, Bi₂Te₃:Er oder LaB₆:Er besitzen eine sehr viel geringere elektronische Zustandsdichte an der Fermi-Kante und somit auch eine kleinere elektrische Leitfähigkeit. In diesen Materialien wäre nicht nur das magnetische Johnson-Rauschen sondern auch die Stärke der RKKY-Wechselwirkung deutlich reduziert. Allerdings ist zu erwarten, dass die Thermalisierungszeiten aus denselben Gründen etwas größer ausfallen würden. Von der Untersuchung der thermodynamischen Eigenschaften dieser Materialien bei tiefen Temperaturen könnten daher wichtige Impulse für die zukünftige Optimierung magnetischer Kalorimeter ausgehen.

6. Kryotechnik

Die für den hochauflösenden Betrieb des Detektors nötigen Betriebstemperaturen zwischen 10 mK und 100 mK können mit einer Reihe von Kühltechniken erzeugt werden. Zu den Standardtechniken zählen heute der sogenannte $^3\text{He}/^4\text{He}$ -Verdünnungskryostat und der Elektronenspin-Entmagnetisierungskryostat.

Viele Experimente zur Charakterisierung der thermodynamischen Eigenschaften des Sensormaterials wurden in einem $^3\text{He}/^4\text{He}$ -Verdünnungskryostat durchgeführt, mit dem Temperaturen bis $T_{\min} \simeq 5$ mK erzeugt werden können. Da dieser Kühlmechanismus auf einem kontinuierlich arbeitenden Kühlkreislauf beruht, und daher kontinuierlich Kühlleistung zur Verfügung stellt, eignet er sich ausgezeichnet für die Durchführung langwieriger Messungen bei tiefen Temperaturen. Die Funktionsweise von Verdünnungskryostaten ist in der Literatur ausführlich beschrieben (z.B. [Ens00b], [Pob96]), und auch spezielle Eigenschaften der verwendeten Apparatur wurden in früheren Arbeiten zu diesem Thema bereits umfangreich dargestellt (z.B. [Sch00], [Fle98]). Diese Beschreibung soll an dieser Stelle nicht wiederholt werden, vielmehr wird in den nächsten Abschnitten der Aufbau eines magnetischen Kalorimeters in einem Adiabatischen-Entmagnetisierungskryostaten dargestellt, wie er z.B. für die in Kapitel 7 gezeigten Messungen eingesetzt wurde.

6.1 Adiabatischer Entmagnetisierungskryostat

Als Arbeitsmedium eines Adiabatischen Elektronenspin-Entmagnetisierungskryostaten (ADR¹) dienen heute meist paramagnetische Salze, wie z.B. Eisen-Ammonium-Alaun (FAA)² oder Gadolinium-Gallium-Granat (GGG³). Betrachtet man die thermodynamischen Eigenschaften dieser Materialien bei tiefen Temperaturen, so sind diese vor allem durch die Freiheitsgrade des Gitters und der lokalisierten magnetischen Momente der paramagnetischen Ionen gegeben.

Das Kühlprinzip eines ADR bedient sich nun der Tatsache, dass man mit einem äußeren Magnetfeld die Entropie der Freiheitsgrade der magnetischen Momente gezielt beeinflussen kann. Dabei wollen wir zunächst annehmen, das Arbeitsmedium stehe in gutem thermischen Kontakt zu einem Wärmereservoir der Temperatur T_i , welches zum Beispiel durch ein Volumen von flüssigem Helium bei Normaldruck ($T = 4,2$ K) gegeben sein kann. Im thermodynamischen Gleichgewicht befinden sich die magnetischen Momente in einem Zustand maximaler Unordnung. Wird nun ein äußeres Magnetfeld angelegt, so spalten sich die bisher entarteten Zustände der magnetischen Momente gemäß der Zeeman-Aufspaltung auf. Ist die Aufspaltung zwischen den Zeeman-Niveaus größer als die thermische Energie, $g\mu_B B > k_B T$, so befindet sich im thermischen Gleichgewicht ein Großteil der Spins

¹ADR: Abkürzung aus dem Englischen für Adiabatic Demagnetization Refrigerator.

²Eisen-Ammonium-Alaun: $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 24\text{H}_2\text{O}$

³Gadolinium-Gallium-Granat besitzt die stöchiometrische Zusammensetzung $\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$.

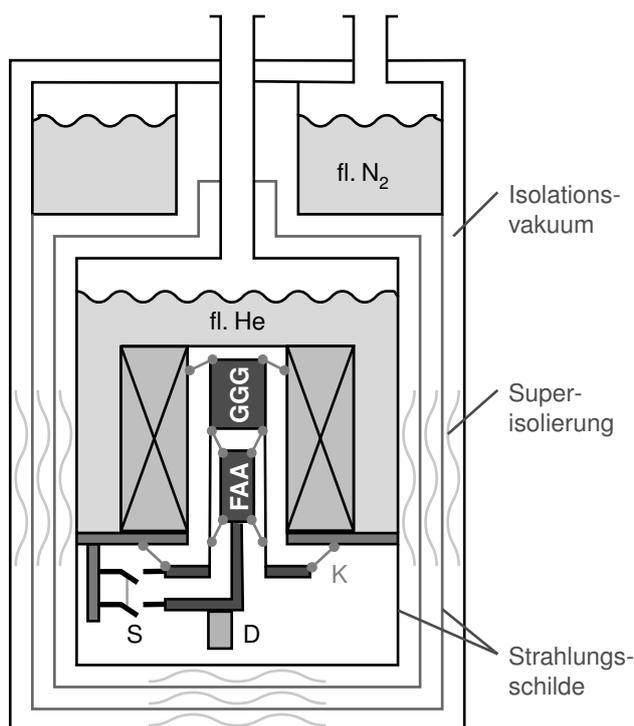


Abb. 6.1: Schematisches Schnittbild des Elektronenspin-Entmagnetisierungskryostaten zur Erzeugung tiefer Temperaturen. Die beiden paramagnetischen Salzpillen (GGG, FAA) sind an Kevlar-Fäden (K) aufgehängt und können über einen mechanischen Wärmeschalter (S) mit der Bodenplatte des Heliumbads in thermischen Kontakt gebracht werden. Der Detektor (D) ist auf einem Kupferarm montiert, der guten thermischen Kontakt zur FAA-Pille besitzt.

den energetisch günstigsten Zuständen. Die Relaxation ins Gleichgewicht entspricht einem Entvölkern der höherliegenden Energieniveaus und die dabei frei werdende Energie wird an das Wärmereservoir abgegeben. Die Magnetisierung des Arbeitsmediums ist nun nahezu maximal und die Entropie des Spinsystems sehr gering. In dieser Situation wird der thermische Kontakt zwischen dem paramagnetischen Salz und dem Wärmereservoir getrennt und das äußere Magnetfeld reduziert. Dieser Prozess soll dabei so langsam geschehen, dass das System der magnetischen Momente und das Phononensystem zu Zeitpunkt nahezu im thermischen Gleichgewicht befinden. Durch die Reduktion der Zeeman-Aufspaltung wird die thermische Besetzung der höherliegenden Zeeman-Niveaus nun wieder ermöglicht. Diese Entropiezunahme des Spinsystems wird von einem Wärmefluss aus dem System der Phononen gespeist, welches sich in Folge dessen abkühlt.

Die auf diese Weise erreichbaren Temperaturen lassen sich durch folgende Überlegung abschätzen. Angenommen das Arbeitsmedium hätte nur Freiheitsgrade, die durch nicht-wechselwirkende magnetische Momente gegeben sind. Nach einem isothermen Aufmagnetisieren des Systems bei einer Temperatur T_i tragen die magnetischen Momente eine stark reduzierte Entropie $S(T_i, B_i)$, die nach dem Trennen des Arbeitsmediums vom Wärmereservoir auch bei Magnetfeldänderungen erhalten bleibt. Da die Entropie andererseits eine Funktion des Verhältnis aus Zeeman-Aufspaltung $g\mu_B B$ und thermischer Energie $k_B T$ ist, $S = S(B/T)$, können wir unmittelbar auf die Temperatur T_f des Systems bei einem reduzierten Magnetfeld B_f schließen. Da sich in diesem Modell die Entropie bei der adiabatischen Entmagnetisierung nicht ändert, gilt $S(B_i/T_i) = S(B_f/T_f)$, und somit ist die Endtemperatur durch die einfache Beziehung

$$T_f = \frac{B_f}{B_i} T_i \quad (6.1)$$

gegeben. Die Endtemperatur ist demnach proportional zum Magnetfeld B_f , bei dem die Entmagnetisierung angehalten wird, und es scheint in diesem Modell möglich, beliebig niedrige Temperaturen zu erzeugen. In einem realen Paramagneten führt die Wechselwirkung zwischen den magnetischen Momenten jedoch zu einem effektiven inneren Feld b , das dem äußeren Magnetfeld überlagert ist. Die erreichbare Endtemperatur ist daher durch die Startbedingungen T_i , B_i und die Größe des inneren Magnetfeldes gegeben.

Im Unterschied zum $^3\text{He}/^4\text{He}$ -Verdünnungskryostat handelt es sich bei dieser Kühlmethode nicht um einen kontinuierlich arbeitenden Kühlkreislauf. Wurde das Arbeitsmedium durch eine vollständige Entmagnetisierung bis zur Endtemperatur abgekühlt, so steht von diesem Zeitpunkt an keine Kühlleistung mehr zur Verfügung. Die Temperatur des Systems steigt gemäß des parasitären Wärmeflusses \dot{Q} und der Wärmekapazität C mit einer Rate von $\dot{T} = \dot{Q}/C$ an.

Abbildung 6.1 zeigt ein schematisches Schnittbild des im Rahmen dieser Arbeit eingesetzten Kryostaten. Er besitzt zwei paramagnetische Salzpillen (FAA, GGG) die über Kevlar-Fäden mechanisch mit der Bodenplatte eines Heliumbades verbunden sind. Sie befinden sich in der Bohrung einer supraleitenden Spule, mit der Magnetfelder bis ca. 6 T erzeugt werden können. Der Spulendraht selbst verläuft im flüssigen Helium, die Bohrung des Magneten ist jedoch Teil des Isolationsvakuums des Dewar-Gefäßes. Das Helium-Bad ist von zwei Strahlungsschilden aus Aluminium umgeben, von denen das äußere in thermischem Kontakt mit einem Stickstoffbad ($T = 77\text{ K}$) steht und das innere vom aufsteigenden kalten Helium Gas auf eine Temperatur von etwa 20 K gekühlt wird. Um die paramagnetischen Salzpillen vor parasitären Wärmeeinträgen durch Infrarotstrahlung zu schützen, ist der Innere Bereich des Kryostaten von einem Strahlungsschild aus vergoldetem Kupfer umgeben, das thermisch an das Heliumbad gekoppelt ist. In jede Salzpille ist ein Kupferstab eingelassen, an dem zusätzlich eine Kupferplattform befestigt ist, auf der Experimente montiert werden können. Desweiteren können diese Plattformen über einen mechanischen Wärmeschalter mit der Bodenplatte des Heliumbades in thermischen Kontakt gebracht werden, um das isotherme Aufmagnetisieren der Salzpillen zu gewährleisten.

Gute Startbedingungen für die Entmagnetisierung können erzielt werden, wenn man während des Aufmagnetisierens am Heliumbad pumpt und somit dessen Temperatur von $T_i = 4,2\text{ K}$ auf $T_i \simeq 1,5\text{ K}$ senkt. Mit dieser Starttemperatur und einem Magnetfeld von $B_i = 6\text{ T}$ erreicht die FAA-Salzpille bei vollständiger Entmagnetisierung eine Temperatur von $T_f \simeq 21\text{ mK}$. Die zweite Salzpille (GGG) erreicht aufgrund der höheren Konzentration an magnetischen Momenten und der damit verbundenen höheren inneren Magnetfelder nur eine Endtemperatur von $T_f \simeq 200\text{ mK}$. Allerdings besitzt die GGG-Salzpille in dieser Situation eine sehr viel größere Wärmekapazität. Dies ist auch der Grund für das parallele Abkühlen der beiden unterschiedlichen Salzpillen. Alle elektrischen Leitungen und Kevlar-Fäden, die auf der kälteren Plattform enden, können vorher auf der etwas wärmeren Plattform thermisch abgefangen werden. Dies reduziert die parasitären Wärmeeinträge erheblich und verlängert somit die Standzeit des Kryostaten bei tiefen Temperaturen. Nach einer vollständigen Entmagnetisierung und dem Erreichen der Endtemperatur steigt die

Temperatur der Experimentierplattform mit einer Rate von etwa 0,1 mK/h an⁴. Dies entspricht einem parasitären Wärmeeintrag von wenigen Nanowatt.

Heizleistungen dieser Größenordnung können auch durch Vibrationen des Aufbaus oder durch den Einfang von hochfrequenten elektromagnetischen Wellen (Radiosender, Mobilfunk) in unzureichend abgeschirmten oder gefilterten elektrischen Leitungen erzeugt werden. Um derartige Einflüsse zu minimieren wurde der Kryostat auf einer 300 kg schweren Steinplatte mit luftgepolsterten Füßen aufgebaut. Die Anordnung befindet sich gemeinsam mit dem analogen Teil der Ausleseelektronik im Innern einer 2 m × 2 m × 2,5 m großen Stahlkabine zur Abschirmung hochfrequenter elektromagnetischer Wellen. Während des Betriebs der Röntgendetektoren wurden alle analogen elektronischen Geräte, die zur Steuerung des Kryostaten und zur Auslesung des Detektors nötig sind, mit Hilfe von Blei-Gel-Akkumulatoren⁵ mit Strom versorgt. Diese befanden sich ebenfalls in der Abschirmkabine. Um zeitlich stabile Betriebsspannungen zu gewährleisten, wurden die vier zur Verfügung gestellten Spannungen (± 5 V, ± 12 V) von Spannungsreglern stabilisiert.

6.2 Thermometrie und Temperaturstabilisierung

Bei einer vollständigen Entmagnetisierung erreichen die paramagnetischen Pillen des Kryostaten zwar ihre tiefste Temperatur, allerdings kann diese nicht mehr stabilisiert werden, da keine weitere Kühlleistung mehr zur Verfügung steht. Um eine niedrige und gleichzeitig konstante Temperatur zu erzeugen, kann man jedoch den Prozess des Entmagnetisierens bei einem endlichen Magnetfeld anhalten. Die so erreichte Temperatur ist zwar etwas höher, aber der Temperaturanstieg aufgrund von parasitären Wärmeeinträgen kann durch weiteres Entmagnetisieren kompensiert werden.

Zur Messung der Temperatur wurde ein Widerstandsthermometer aus RuO₂ verwendet, das am Walther-Meißner-Institut in München kalibriert worden war. Die Kalibrierung des Thermometers wurde überprüft, indem sie mit einem weiteren Widerstandsthermometer verglichen wurde, welches im Temperaturbereich zwischen 5,5 mK und 50 mK bereits mehrfach gute Übereinstimmung mit einem ⁶⁰Co-Kernspin-Orientierungsthermometer gezeigt hat [Fle98]. Zur Messung des Widerstands wurde eine Widerstandsmessbrücke vom Typ AVS-47⁶ eingesetzt. Während des Detektorbetriebs wurde die Messbrücke von den oben erwähnten Blei-Akkumulatoren mit Strom versorgt.

Die Stabilisierung der Temperatur wurde von einem analogen PID-Regler übernommen. Die Differenz von Ist- und Sollwert wird dabei von der Widerstandsmessbrücke als analoges Spannungssignal zur Verfügung gestellt. Der Ausgang des PID-Reglers treibt einen Strom von bis zu 600 mA durch die Spule des Entmagnetisierungskryostaten. Dies

⁴Die Aufwärmrate ist etwa 24 Stunden lang konstant, steigt anschließend jedoch an, da einerseits die Wärmekapazität der kalten Salzpille (FAA) abnimmt und andererseits die Temperatur der wärmeren Salzpille (GGG) ebenfalls ansteigt.

⁵Insgesamt stehen 8 Akkumulatoren vom Typ Dryfit-Solar-Block mit einer Klemmenspannung 6 V (nominal) und einer Kapazität von 200 Ah zur Verfügung. Dies entspricht einer Gesamtenergie von 9,6 kWh und ermöglicht eine Messzeit von etwa 7 Tagen ohne Unterbrechung.

⁶Pico-Watt Electronica, Finnland.

entspricht Magnetfeldern bis 100 mT, womit Temperaturen zwischen 21 mK und 40 mK erreicht werden können.

Das Thermometer besitzt im Temperaturbereich zwischen 20 mK und 40 mK eine relative Empfindlichkeit von $d \log(R)/d \log(T) \simeq -1.5$. Dies ergibt zusammen mit der relativen Messgenauigkeit der Widerstandsmessbrücke von $1 \cdot 10^{-4}$ eine relative Temporauflösung von $\Delta T/T \simeq 0,6 \cdot 10^{-4}$. Während des Detektorbetriebs wurde der Kryostat meist auf einer Temperatur von 30 mK stabilisiert. Die Standardabweichung der Regelschwankungen hatte dabei typischerweise einen Wert von $\sigma(T) \simeq 2 \mu\text{K}$.

Wie wir in den vorangegangenen Kapiteln dieser Arbeit gesehen haben, bewirkt eine Änderung der Arbeitstemperatur des Detektors auch eine Veränderung seiner Sensitivität $S = \delta\Phi/\delta E$. Bei einer Arbeitstemperatur von 30 mK gilt für die Sensitivität der in dieser Arbeit diskutierten Detektoren in guter Näherung $d \log(S)/d \log(T) \simeq -1,0 \pm 0,1$. Die oben genannten Regelschwankungen der Temperatur werden somit zu einem zusätzlichen Beitrag zur Energieauflösung von $\Delta E_{\text{FWHM}}/E \simeq 1,6 \cdot 10^{-4}$ führen.

7. Entwicklung hochauflösender Röntgendetektoren

7.1 Detektoraufbau

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurden eine Reihe von Detektor-Prototypen für die hochauflösende Röntgenspektroskopie entwickelt. In Abbildung 7.1 ist das schematische Schnittbild eines dieser Detektoren skizziert. Der Aufbau besteht aus zwei Detektoren, deren Röntgenabsorber jeweils durch ein quadratisches, $150\ \mu\text{m} \times 150\ \mu\text{m}$ großes Stück Goldfolie¹ der Dicke $5\ \mu\text{m}$ gegeben ist. An der Unterseite der Absorber wurden mittels einer Ultraschall-Schweißverbindung paramagnetische Temperatursensoren aus Au:Er (300 ppm) angebracht. Die Sensoren haben einen Durchmesser von $50\ \mu\text{m}$ und eine Höhe von $20\ \mu\text{m}$. Sie befinden sich in den beiden Leiterschleifen eines planaren, gradiometrischen SQUIDs vom Typ KSUP-10-50 (Bild 7.2), und werden von einer dünnen Schicht Silikonfett in Position gehalten. Das Substrat, auf dem sich die mikrostrukturierten Leiterbahnen des SQUIDs befinden, ist ein $1,5\ \text{mm} \times 2,1\ \text{mm} \times 0,6\ \text{mm}$ großes Stück Silizium und wird im folgenden kurz *SQUID-Chip* genannt. Es ist mit Epoxidharz² auf eine Messing-Platte geklebt, die durch eine Schraubverbindung an die Experimentierplattform des Kryostaten gepresst wird.

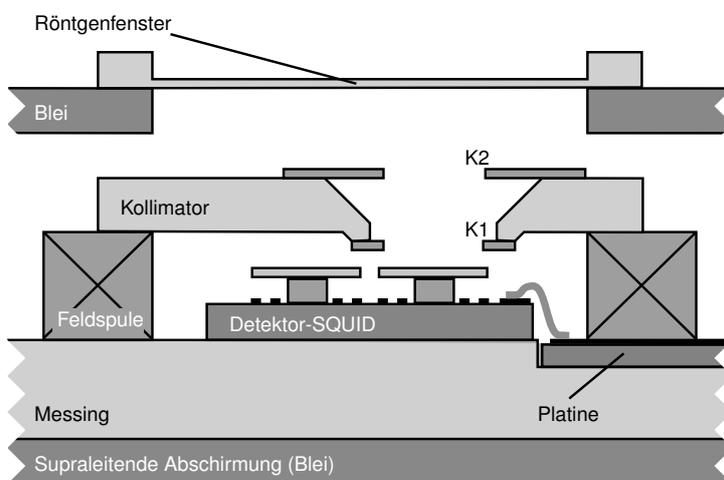


Abb. 7.1: Schematisches Schnittbild des Detektoraufbaus. Das Detektor-SQUID ist mit Epoxidharz auf einen Halter aus Messing geklebt und sitzt im Zentrum einer Feldspule aus NbTi/CuNi-Draht. Der Aufbau ist von einem Vierkantrohr aus Blei umgeben, das als supraleitende Abschirmung dient.

Der Grund für Wahl von Messing als Trägermaterial des Detektor-SQUID-Chips ist seine vergleichsweise geringe spezifische (elektrische) Leitfähigkeit σ . Wie in Abschnitt 3.6 diskutiert, kann das von den Leitungselektronen eines normalleitenden Metalls ausgehende magnetische Johnson-Rauschen zu einem zusätzlichen Beitrag zum Flussrauschen $\sqrt{S_{\Phi}}$ des SQUID-Magnetometers führen. Die Größe dieses Rauschens ist proportional zur

¹Die Reinheit des verwendeten Goldes wurde vom Hersteller (W. C. Heraeus GmbH, Hanau) mit 99,999% angegeben. Magnetisierungsmessungen im Temperaturbereich zwischen 300 K und 1,5 K zeigten, dass die Konzentration paramagnetischer Verunreinigungen bei etwa 0,5 ppm liegt, wenn man für die Größe des magnetischen Moments den Wert für 3^+Er -Ionen in Gold annimmt.

²Stycast 1266, Hersteller: Emerson and Cuming, 46 Manning Road, Billerica MA, USA.

Wurzel aus der Leitfähigkeit $\sqrt{S_{\Phi}} \propto \sqrt{\sigma}$ und kann durch eine geeignete Materialwahl gering gehalten werden. Bei einer Temperatur von 30 mK hat dieser Beitrag zum Flussrauschen einen Wert von etwa $\sqrt{S_{\Phi}} \simeq 0,1 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$ und ist im Vergleich zu anderen Beiträgen vernachlässigbar. Mit der geringen elektrischen Leitfähigkeit ist jedoch auch eine vergleichsweise geringe Wärmeleitfähigkeit verknüpft. Ihr Wert ist im betrachteten Temperaturbereich um mehr als zwei Größenordnungen kleiner als der von Kupfer. Berücksichtigt man die Geometrie der Messing-Platte, so ergibt sich eine Wärmeleitfähigkeit von etwa $1 \cdot 10^{-5} \text{ W/K}$. Da die Leistungsdissipation des Detektors weniger als 0,1 nW beträgt, wird sich entlang der Messing-Platte eine Temperaturdifferenz von höchstens $10 \mu\text{K}$ einstellen, die im Vergleich zur Arbeitstemperatur von 30 mK klein ist.

In die Oberfläche der Messing-Platte ist eine Leiterplatte (Platine) eingelassen. Auf ihrer Oberfläche verlaufen mehrere Leiterbahnen aus Kupfer in die Nähe des SQUID-Chips, wo sie mit Hilfe von Aluminiumdrähten (Durchmesser: $25 \mu\text{m}$) mit den Niob-Strukturen des SQUIDs verbunden werden. Dazu werden die Enden der Drähte durch Ultraschallpulse mit den Kupferbahnen bzw. den Kontaktflächen des SQUID-Chips verschweißt (Bild 7.2).

Zur Erzeugung des externen Magnetfeldes verläuft eine Feldspule aus supraleitendem NbTi/CuNi-Draht um den SQUID-Chip. Sie besteht aus 200 Windungen und hat einen Innendurchmesser von 6 mm. Um sicherzustellen, dass die zu messenden Röntgenquanten nur auf den Röntgenabsorber, nicht aber auf das Silizium-Substrat des SQUIDs treffen, wurde der Strahlengang durch eine Reihe von Kollimatoren eingegrenzt. Die letzten zwei Kollimatoren vor dem Detektor (K1, K2) sind aus $10 \mu\text{m}$ dicker Gold-Folie gefertigt und werden von einem Ring aus Messing getragen (siehe Abbildung 7.1).

Der gesamte Aufbau befindet sich in einem Vierkanrohr aus supraleitendem Blei, das äußere Magnetfelder vom Detektor abschirmt. Vor allem zeitlich variierende Magnetfelder, wie z.B. das Magnetfeld des Entmagnetisierungskryostaten könnten sonst zu Änderungen der Detektoreigenschaften führen, und sich negativ auf die Energieauflösung auswirken.

7.2 Magnetometer

Technisch gesehen ist die Existenz von empfindlichen, rauscharmen Magnetometern eine der notwendigen Voraussetzungen für die Realisierung von hochauflösenden Röntgendetektoren auf der Basis von magnetischen Kalorimetern. Die derzeit empfindlichsten Messgeräte für magnetische Induktion bzw. magnetischen Fluss sind sogenannte SQUID³-Magnetometer. Diese nutzen auf geschickte Weise die Tatsache, dass sich in Supraleitern der Zustand der Cooper-Paare durch eine gemeinsame, makroskopische Wellenfunktion beschreiben lässt. Dies hat zum Beispiel zur Folge, dass der magnetische Fluss in einem geschlossenen supraleitenden Ring quantisiert ist und nur in Form von ganzzahligen Vielfachen des elementaren Flussquants $\Phi_0 = h/2e = 2,07 \cdot 10^{-15} \text{ Vs}$ auftreten kann [Lon50]. SQUID-Magnetometer basieren auf den Eigenschaften von supraleitenden Leiterschleifen, die an einer oder mehreren Stellen von sogenannten Josephson-Kontakten [Jos62a][Jos62b] unterbrochen sind. Dies sind meist dünne, nichtleitende Metalloxid-Schichten, die von den

³Abkürzung aus dem Englischen für Superconducting Qu antumInterferenceDevice.

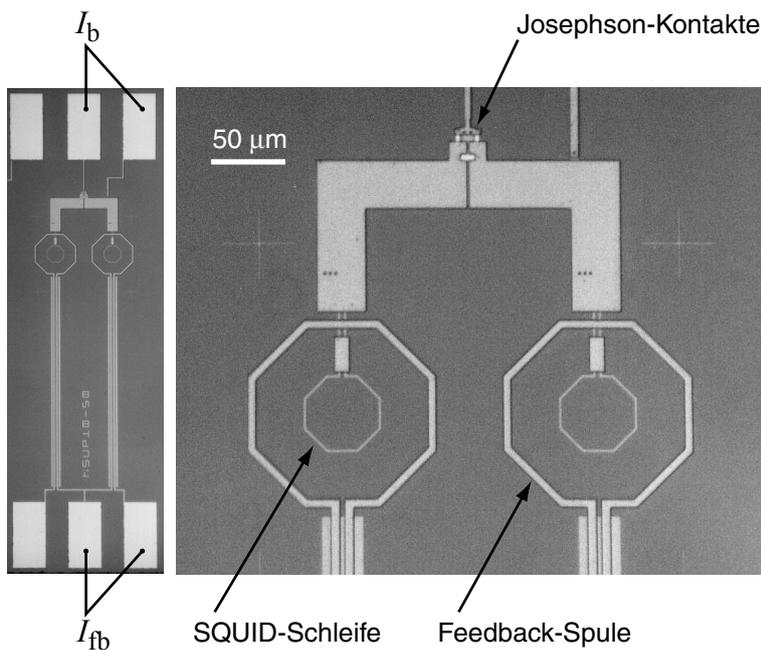


Abb. 7.2: Mikroskopische Aufnahme eines KSUP-10-50 SQUIDs in zwei Vergrößerungen. Die rechteckigen Kontaktflächen (links) dienen der elektrischen Kontaktierung durch ultraschall-geschweißte Aluminiumdrähte. Rechts sind die beiden gradiometrisch verschalteten SQUID-Schleifen, sowie die Feedback-Spule zu erkennen.

Cooper-Paaren ohne Verlust ihrer Kohärenz durchtunnelt werden können. Die verschiedenen bisher realisierten SQUID-Typen und die zugrundeliegende Physik werden in einer Reihe von Büchern ausführlich diskutiert [Wei96][Cla03]. Wir wollen uns daher in den nächsten Abschnitten darauf beschränken, einige wichtige Eigenschaften von dc-SQUID-Magnetometern zum Teil nur phänomenologisch zu beschreiben, und ein zweistufiges dc-SQUID-Magnetometer zur Auslesung von magnetischen Mikrokalorimetern vorzustellen. Mit dieser Anordnung ist es prinzipiell möglich, alle Anforderungen, die in der bisherigen Diskussion an das Magnetometer gestellt wurden, zu erfüllen. Zu den Anforderungen zählen hier ein niedriges Flussrauschen bei zugleich großer Signal-Folge-Geschwindigkeit und kleiner Leistungsdissipation auf dem Detektor-SQUID-Chip.

7.2.1 dc-SQUID-Magnetometer

Ein dc-SQUID ist ein supraleitendes Bauteil, das es ermöglicht, magnetischen Fluss auf ein Spannungssignal abzubilden. Wie in Bild 7.3 schematisch dargestellt, ist ein dc-SQUID eine supraleitende Leiterschleife, die an zwei Stellen von Josephson-Kontakten unterbrochen ist. An diesen dünnen Isolationsschichten ist es einem äußeren magnetischen Fluss möglich, in das Innere des SQUIDs zu gelangen. Aufgrund der quantenmechanischen Natur des Suprastroms in diesem Stromkreis, hängt die über dem Bauteil abfallende Spannung sowohl von dem durch das Bauteil getriebenen Strom I (siehe Bild 7.3), als auch vom magnetischen Fluss Φ in der Leiterschleife ab. Die theoretische Beschreibung dieser Abhängigkeit findet man z.B. in [Lou74] [Wei96] [Cla03]. Hier soll sie anhand des Bildes 7.3 diskutiert werden.

Bis zu einem kritischen Strom I_c wird der Strom durch das Bauteil von Cooper-Paaren getragen, die die dünne Isolationsschicht durchtunneln. Dabei fällt keine Spannung über dem SQUID ab. Oberhalb des kritischen Stromes zeigt das SQUID Ohm'sches Verhalten,

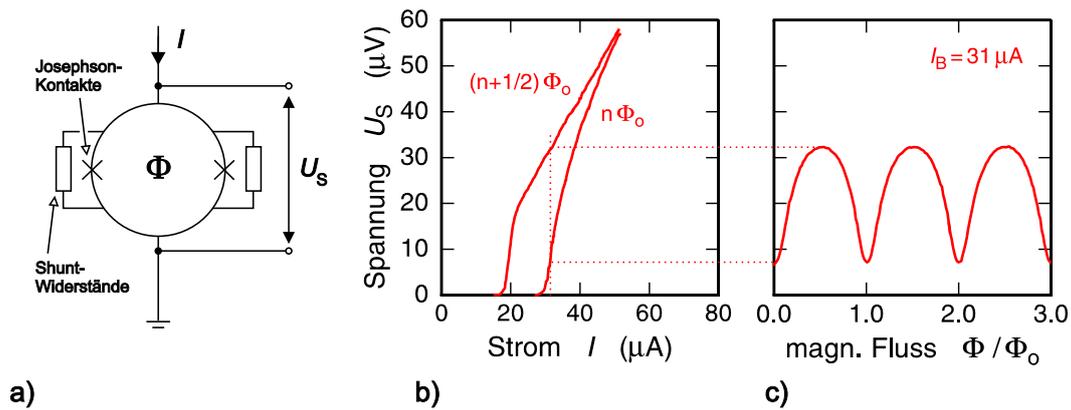


Abb. 7.3: DC-SQUID-Magnetometer: a) Schematisches Schaltbild. b) Strom-Spannungs-Kennlinie für den Fall, dass die SQUID-Schleife den magnetischen Fluss $n\Phi_0$ bzw. $(n + \frac{1}{2})\Phi_0$ umschließt. c) Fluss-Spannungskennlinie für den Fall, dass der in b) markierte Konstantstrom durch das SQUID getrieben wird.

und eine endliche Spannung U fällt über dem Bauteil ab. Um hysteretisches Verhalten zwischen den beiden Zuständen zu unterdrücken, werden parallel zu den Josephson-Kontakten meist Shunt-Widerstände angeordnet [Wei96]. Aufgrund der Interferenz der Wellenfunktionen der beiden Stromzweige durch das SQUID hängt der kritische Strom zum einen von der Geometrie der Tunnelbarrieren, zum anderen jedoch auf periodische Weise vom magnetischen Fluss durch das SQUID ab. Das mittlere Bild zeigt die beiden Extremfälle der Strom-Spannungs-Charakteristik, die für einen magnetischen Fluss von $\Phi = n\Phi_0$ bzw. $\Phi = (n + \frac{1}{2})\Phi_0$ auftreten. Wählt man den Biasstrom I nun etwas größer als den größten kritischen Strom, so hängt die über dem Bauteil abfallende Spannung U stark vom Fluss Φ im SQUID ab. Diese periodische Abhängigkeit ist im rechten Teilbild zu sehen und verleiht dem SQUID die Eigenschaft eines Fluss-Spannungs-Wandlers.

Der nutzbare Arbeitsbereich eines solchen Wandlers, d.h. der Flussbereich in dem die über dem dc-SQUID abfallende Spannung linear oder zumindest monoton vom Fluss durch das SQUID abhängt, ist verhältnismäßig klein, $\delta\Phi \simeq \pm\Phi_0/4$. Aus diesem Grund verwendet man im allgemeinen eine zusätzliche Elektronik, um die Fluss-Spannungskennlinie in einem größeren Flussbereich zu linearisieren.

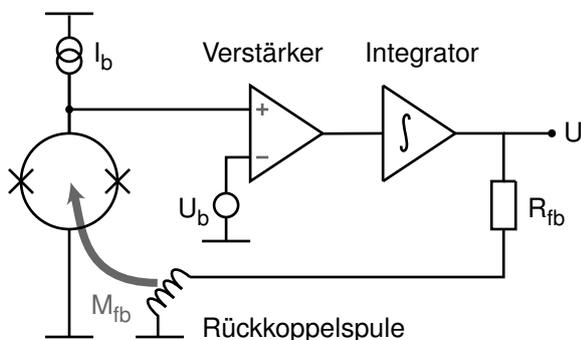


Abb. 7.4: Schematische Darstellung einer Flux-Locked-Loop-Schaltung zur Linearisierung der Fluss-Spannungskennlinie eines dc-SQUIDs.

Abbildung 7.4 zeigt diese elektronische Schaltung, die sogenannte Flux-Locked-Loop-Schaltung, in schematischer Form. Die Grundidee dabei ist, den Fluss im SQUID auf einen

Wert zu stabilisieren, an dem die Fluss-Spannungskennlinie besonders steil ist. Dazu wird das SQUID zusätzlich mit einer Spule versehen, die es ermöglicht, eine vom Experiment hervorgerufene Flussänderung im SQUID durch einen Rückkoppelfluss gleicher Größe und entgegengesetzter Polarität zu kompensieren. Die dafür nötigen Elemente sind ein rauscharmer Vorverstärker und ein Regler, der einen dem Rückkoppelfluss proportionalen Strom durch die Rückkoppelspule treibt. Wählt man als Referenzpotential U_b des Verstärkers gerade die am gewünschten Arbeitspunkt über dem SQUID abfallende Spannung, so kann die Funktion des Reglers von einem einfachen Spannungsintegrator übernommen werden. Als Ausgangssignal des Magnetometers dient nun die Ausgangsspannung U des Integrators, die proportional zum Kompensationsfluss $\Delta\Phi_{fb} = M_{fb}U/R_{fb}$ ist. Die Größe M_{fb} steht hierin für die Gegeninduktivität zwischen Rückkoppelspule und SQUID. Der Widerstand R_{fb} legt den Zusammenhang zwischen der Ausgangsspannung U und dem Strom durch die Rückkoppelspule fest.

7.2.2 Flussrauschen eines dc-SQUIDs

Das dc-SQUID besitzt ein endliches intrinsisches Flussrauschen, das auf die dissipative Natur der Shunt-Widerstände zurückzuführen ist. Für eine grobe Abschätzung des Flussrauschens könnte man wie folgt vorgehen. Die beiden Shunt-Widerstände R bewirken in der Leiterschleife des SQUIDs ein Stromrauschen $\sqrt{S_I} = \sqrt{4k_B T/2R}$, das aufgrund der Eigeninduktivität L des SQUIDs einem Flussrauschen von $\sqrt{S_\Phi} = L\sqrt{2k_B T/R}$ entspricht. Eine detaillierte Berechnung von Tesche und Clarke [Tes77] berücksichtigt sowohl die zeitliche Entwicklung der Phasendifferenzen der Wellenfunktion an den Josephson-Kontakten, als auch die parasitäre Kapazität der Tunnelbarrieren mit Hilfe von Computersimulationen. Auf diese Weise erhält man für das scheinbare intrinsische Flussrauschen eines optimierten SQUIDs den Ausdruck

$$\sqrt{S_\Phi^{\text{SQUID}}} = \frac{\partial\Phi}{\partial U} \sqrt{S_U^{\text{SQUID}}} \simeq L\sqrt{16k_B T/R} , \quad (7.1)$$

der um etwa einen Faktor $\sqrt{8}$ größer ist als obige Abschätzung. Es ist der im Experiment relevante Wert, da er sich aus dem beobachtbaren Spannungsrauschen S_U^{SQUID} des SQUIDs und der Steigung der Fluss-Spannungskennlinie $\partial U/\partial\Phi$ am Arbeitspunkt zusammensetzt. Ein SQUID, das eine Induktivität von $L \simeq 100$ pH und Shunt-Widerstände $R \simeq 10 \Omega$ besitzt, sollte daher bei $T = 4,2$ K ein Flussrauschen von bis zu $\sqrt{S_\Phi} \simeq 0,5 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$ erreichen können.

Mit der in Abbildung 7.4 gezeigten, direktgekoppelten Ausleseelektronik sind derart kleine Werte des Rauschens meist nicht erreichbar, da der bei Raumtemperatur betriebene Vorverstärker das Gesamtrauschen dominiert. Ein typischer Wert für den Spannungshub der Fluss-Spannungskennlinie eines dc-SQUIDs ist etwa $60 \mu\text{V}$. Daraus ergeben sich für die Steigung der Kennlinie am Arbeitspunkt Werte von etwa $200 \mu\text{V}/\Phi_0$. Im Rahmen dieser Arbeit wurde eine Flux-Locked-Loop-Elektronik verwendet, die am Institut für Physikalische Hochtechnologie in Jena entwickelt wurde⁴. Das Eingangsspannungsrauschen der

⁴Die Elektronik ist mittlerweile bei der Firma Supracon AG, Jena, kommerziell erhältlich.

Elektronik hat im Frequenzbereich von 0,1 Hz bis 10 MHz einen ausgesprochen kleinen Wert von $\sqrt{S_U} \simeq 0,33 \text{ nV}/\sqrt{\text{Hz}}$ [Ouk02]. Mit den oben genannten SQUID-Parametern bedeutet dies einen zusätzlichen Beitrag zum scheinbaren Flussrauschen des SQUIDs von etwa $1,7 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$, der größer als der intrinsische Beitrag ist.

In der Literatur wird eine Reihe von Konzepten diskutiert, mit denen es möglich ist, die Rauschbeiträge der Ausleseelektronik deutlich zu reduzieren. Zu diesen zählt die flussmodulierte Auslesung mit einem gekühlten Transformator zwischen SQUID und Verstärker [Cla76] [Koc96], die Verwendung von sogenannten *Series-SQUID-Arrays* [Wei91] [Sta93], die Aufsteilung der Kennlinie am Arbeitspunkt mit der Methode des *Additional-Positive-Feedback* [Dru90] und die Verwendung von mehrstufigen SQUID-Anordnungen, die z.B. in [Dru96] diskutiert werden. Im Rahmen dieser Arbeit wurde eine zweistufige SQUID-Auslesung eingesetzt, die in Abschnitt 7.2.7 im Detail beschrieben wird.

7.2.3 Signal-Folge-Geschwindigkeit

Eine weitere charakteristische Größe der Flux-Locked-Loop-Schaltung ist die maximale Signal-Folge-Geschwindigkeit $\dot{\Phi}_{\max}$, die maximale Rate mit der die Elektronik den Rückkoppelfluss im SQUID ändern kann. Verläuft eine vom Experiment im SQUID verursachte Flussänderung $\Phi(t)$ schneller, so hinkt der Rückkoppelfluss $\Phi_{\text{fb}}(t)$ merklich hinterher. Falls die Differenz dabei den Wert $\Phi_0/2$ überschreitet, $\Phi - \Phi_{\text{fb}} \gtrsim \Phi_0/2$, so wird die Regelung instabil und wechselt auf einen neuen Arbeitspunkt, der $n\Phi_0$ vom bisherigen entfernt ist.

Die maximale Signal-Folgegeschwindigkeit $\dot{\Phi}_{\max}$ der in Abbildung 7.4 gezeigten Schaltung wurde in [Dru03] hergeleitet und folgt der Beziehung

$$\dot{\Phi}_{\max} = \pi \Delta\Phi_{\text{lin}} \left. \frac{\partial U}{\partial \Phi} \right|_{\Phi_A} \frac{M_{\text{fb}}}{R_{\text{fb}}} f_{\text{VBP}} . \quad (7.2)$$

Sie ist proportional zur Größe des Flussbereichs $\Delta\Phi_{\text{lin}}$, in dem die Kennlinie annähernd linear ist, und zur Frequenz f_{VBP} , die das Verstärkungs-Bandbreite-Produkt von Verstärker und Integrator angibt. Die im Rahmen dieser Arbeit eingesetzte Elektronik besitzt ein Verstärkungs-Bandbreite-Produkt von bis zu 400 MHz. In Kombination mit typischen SQUID-Parametern wären so Signal-Folge Geschwindigkeiten von über $10 \text{ M}\Phi_0/\text{s}$ erreichbar.

Häufig ist die maximal erreichbare Signal-Folge-Geschwindigkeit jedoch durch die Eigenschaften der elektrischen Leitungen zwischen SQUID und Elektronik beschränkt. Aus kryotechnischen Gründen sind diese Leitungen typischerweise ein bis zwei Meter lang und bestehen aus verdrehten Kupferdraht-Paaren. Dies hat zum einen eine endliche Signallaufzeit und zum anderen unerwünschte Filtereigenschaften der Leitungen zur Folge. Ordnet man den Leitungen eine effektive Verzögerungszeit Δt_l zu, ergibt sich nach [Dru03] eine maximale Signal-Folge-Geschwindigkeit von

$$\dot{\Phi}_{\max} = \frac{\Delta\Phi_{\text{lin}}}{4\Delta t_l} , \quad (7.3)$$

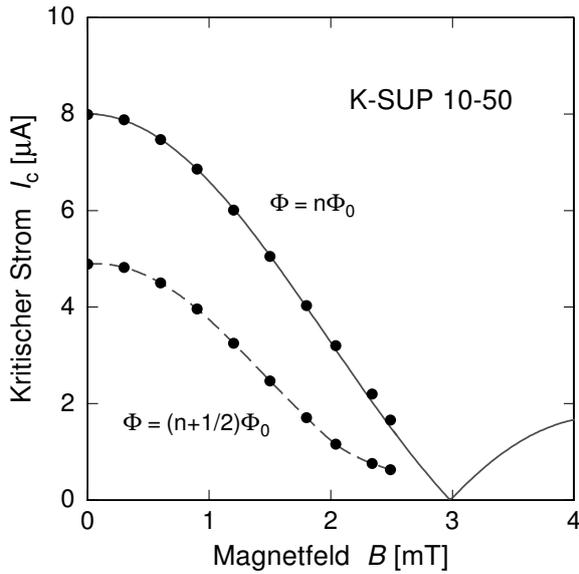


Abb. 7.5: Kritischer Strom eines SQUIDs vom Typ K-SUP-10-50 in Abhängigkeit vom Betrag des externen Magnetfeldes, das senkrecht zur Chip-Oberfläche ausgerichtet ist. Die beiden Kurven entsprechen Messungen, in denen die SQUID-Schleife einen magnetischen Fluss von $n\Phi_0$ bzw. $(n + \frac{1}{2})\Phi_0$ umschließt.

die für die oben beschriebene Messanordnung immerhin noch Werte von etwa $5 M\Phi_0/s$ annehmen kann. Mit diesen sollte es der Elektronik möglich sein, dem schnellen Signalanstieg bei der Absorption eines Röntgenquants zu folgen.

7.2.4 dc-SQUID im Magnetfeld

Bei dem in Abbildung 7.1 gezeigten Detektoraufbau befindet sich der paramagnetische Sensor gemeinsam mit dem SQUID in einer Feldspule, mit der Magnetfelder bis etwa 10 mT erzeugt werden können. Wird ein dc-SQUID inklusive seiner Josephson-Kontakte Magnetfeldern dieser Größe ausgesetzt, so beobachtet man eine Reduktion des kritischen Stromes I_c .

Nach wie vor ist der kritische Strom des Bauteils eine periodische Funktion des magnetischen Fluss Φ im SQUID und nimmt Werte zwischen $I_c(\Phi/\Phi_0 = n + 1/2)$ (minimal) und $I_c(\Phi/\Phi_0 = n)$ (maximal) an. Aufgrund der endlichen Größe der Josephson-Kontakte sind diese Extremwerte jedoch eine Funktion des externen Magnetfeldes. Dies ist eine Folge von der Interferenz der Cooper-Paar-Wellenfunktionen entlang aller Pfade durch einen einzelnen Josephson-Kontakt. Es existiert also eine gewisse Analogie zwischen dem kritischen Strom eines dc-SQUIDs und der Lichtintensität des Beugungsbildes eines optischen Doppelspalt-Experiments. Während der Spaltabstand die Lage der Interferenzmaxima bestimmt, ist die Einhüllende der Intensitäten durch das Beugungsbild des Einzelspalt gegeben.

Eine präzise Beschreibung des kritischen Stroms als Funktion des Magnetfelds am Ort der Josephson-Kontakte fordert die genaue Kenntnis der Geometrie der Tunnelkontakte und des Verlaufs der magnetischen Feldlinien in Anwesenheit der supraleitenden Strukturen in der Umgebung der Kontakte. Qualitativ sollte sich die Einhüllende des kritischen Stroms jedoch durch eine Relation

$$I_c(B) \simeq I_c(0) \frac{\sin(\pi A_{\text{eff}} B / \Phi_0)}{\pi A_{\text{eff}} B / \Phi_0} \quad (7.4)$$

mit einer effektiven Fläche A_{eff} des Josephson-Kontakts beschreiben lassen [Ens00b].

Abbildung 7.5 zeigt den gemessenen kritischen Strom des Detektor-SQUIDs (Typ KSUP-10-50) in Abhängigkeit vom externen Magnetfeld. In einem Feld von $B \simeq 2,5 \text{ mT}$ ist der maximale kritische Strom ($\Phi = n\Phi_0$) bereits um einen Faktor 4 kleiner als im Nullfeld. Zusätzlich eingezeichnet ist der theoretisch erwartete Verlauf aus Gleichung 7.4 für einen effektiven Durchmesser der Josephson-Kontakte von $0,95 \mu\text{m}$.⁵ In Anbetracht der stark vereinfachten Beschreibung stimmt dieser Wert erstaunlich gut mit der nominalen Größe der Josephson-Kontakte von $1 \mu\text{m}$ überein.

Die Reduktion des kritischen Stroms im Magnetfeld hat jedoch auch eine Reduktion des Spannungshubs der Spannung-Fluss-Kennlinie des SQUIDs zur Folge. Mit steigendem Magnetfeld wird daher der Beitrag des Eingangsspannungsrauschens des Verstärkers zum scheinbaren Flussrauschen des SQUIDs zunehmen. In einem Magnetfeld von $2,5 \text{ mT}$ hat die SQUID-Kennlinie einen Spannungshub von etwa $7 \mu\text{V}$. Das Spannungsrauschen der oben beschriebenen Elektronik ($0,33 \text{ nV}/\sqrt{\text{Hz}}$) führt in dieser Situation zu einem zusätzlichen scheinbaren Flussrauschen von $15 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$. Dieser Wert ist zirka 50 mal größer als das intrinsische Rauschen des SQUIDs bzw. das Flussrauschen, das den thermodynamischen Energiefluktuationen der magnetischen Momente des Sensors entspricht. Die Energieauflösung des Detektors wäre durch diesen Beitrag stark beeinträchtigt.

Um einen rauscharmen Betrieb des SQUIDs im Magnetfeld zu ermöglichen, kommen folgende Lösungen in Betracht: Zum einen könnte das Magnetfeld lokal von mikrostrukturierten Spulen auf dem SQUID-Chip erzeugt werden. Die Josephson-Kontakte könnten sich dann außerhalb der Spulen, in einem Bereich kleinerer Magnetfelder befinden. Desweiteren könnte das äußere Magnetfeld am Ort der Josephson-Kontakte durch eine zusätzliche supraleitende Struktur lokal abgeschirmt werden. Zusätzlich kann man die reduzierten Signale des SQUIDs durch ein weiteres SQUID verstärken, bevor sie von einem Verstärker bei Raumtemperatur ausgelesen werden.

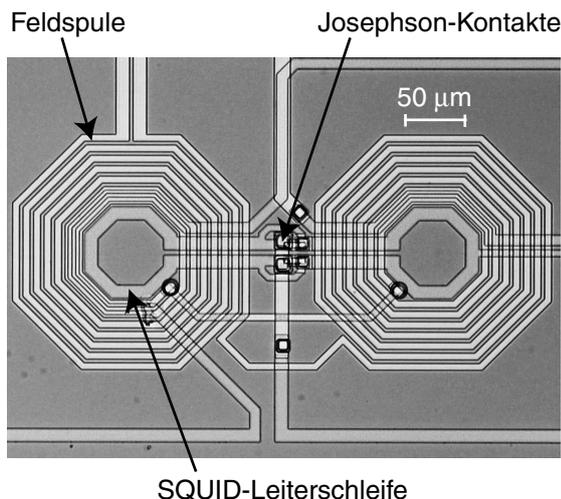


Abb. 7.6: Mikroskopbild eines Detektor-SQUIDs mit integrierter, gradiometrischer Feldspule zur Auslesung von zwei paramagnetischen Sensoren. (Mit freundlicher Genehmigung von R. Stolz und V. Zakosarenkov, IPHT-Jena)

In Zusammenarbeit mit dem IPHT in Jena wurde mit der Entwicklung eines solchen SQUIDs mit optimierter Geometrie begonnen. Bild 7.6 zeigt die mikroskopische Abbildung

⁵Dabei wurde angenommen, dass die Josephson-Kontakte kreisförmig sind.

des ersten Prototyps. Die beiden mikrostrukturierten Feldspulen besitzen entgegengesetzten Wicklungssinn, wodurch der Betrag der Magnetfeldes am Ort der Josephson-Kontakte (siehe Bild 7.6) stark reduziert ist. Zusätzlich wurden die Niobbahnen der SQUID-Struktur im Bereich der Josephson-Kontakte aufgeweitet, um der Betrag des Restfeldes am Ort der Josephson-Kontakte weiter zu senken. Im Rahmen dieser Arbeit konnte dieses optimierte SQUID jedoch noch nicht im Detektorbetrieb eingesetzt werden, da der maximale Strom, den die Niob-Strukturen der Feldspule im supraleitenden Zustand tragen können noch zu klein war. Die Schwachstelle scheint hierbei der stufenförmige Verlauf der Leiterbahnen an den Brücken über andere Leiterbahnen hinweg zu sein [Zak03]. Durch die Verwendung dickerer Niob-Schichten und durch ein Abrunden der tiefer liegenden Strukturen sollte sich dieses Problem zukünftig beheben lassen.

7.2.5 Temperatur des SQUID-Chips

Ein dc-SQUIDs ist zwar ein supraleitendes Bauteil, jedoch wird es in einem Modus betrieben, in dem eine endlich elektrische Leistung auf der Oberfläche des SQUID-Chips dissipiert wird. Abhängig von den Parametern des SQUIDs nimmt dieser Wärmeeintrag $\dot{Q} = IU$ Werte zwischen 0,01 nW und 10 nW an.

Die Wärmeleitfähigkeit des Silizium-Substrats und die des Epoxidharzes, mit dem der SQUID-Chip auf den metallischen Halter geklebt ist, ist bei den betrachteten Temperaturen von $T < 50$ mK verhältnismäßig gering. Zudem tritt an den Grenzflächen zwischen den unterschiedlichen Materialien der sogenannte Kapitza-Widerstand [Ens00b] auf. Er ist eine Folge der Änderung der akustischen Impedanz an den Grenzflächen und nimmt zu tiefen Temperaturen hin proportional zu T^{-3} zu.

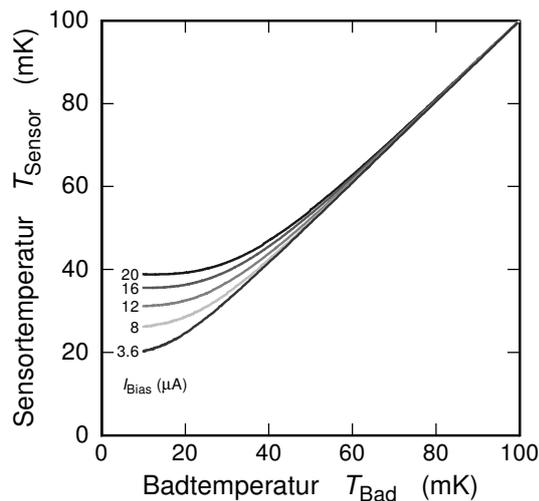


Abb. 7.7: Temperatur eines paramagnetischen Au:Er-Sensors (300 ppm), der sich in der Leiterschleife eines SQUIDs vom Typ K-SSC-003 befindet, in Abhängigkeit von der Temperatur des SQUID-Halters (Kupfer), auf den das Bauteil geklebt ist. Die Messungen wurden bei fünf Bias-Stromstärken I_{bias} durchgeführt.

Leistungsdissipation und geringe Wärmeleitfähigkeit führen bei tiefen Temperaturen dazu, dass die Temperatur des Sensors auf der Oberfläche des SQUIDs nicht mehr mit der Temperatur des metallischen SQUID-Halters übereinstimmt. In Bild 7.7 ist für eine Reihe von Betriebsströmen I_b die gemessene Temperatur des paramagnetischen Sensors in Abhängigkeit von der Temperatur des metallischen SQUID-Halters dargestellt. In den

Messungen wurde ein SQUID vom Typ K-SSC-03 verwendet, das mit Hilfe einer flussmodulierten Flux-Locked-Loop-Elektronik der Firma Conductus ausgelesen wurde⁶. Als Temperaturinformation des Sensors wurde dabei die Temperaturabhängigkeit seiner Magnetisierung in einem kleinen äußeren Magnetfeld verwendet.

Wie man den Messdaten entnehmen kann, stimmt die Temperatur des Sensors bei Temperaturen oberhalb von 60 mK gut mit der Badtemperatur überein. Bei tieferen Temperaturen ist der Einfluß des Wärmeeintrags deutlich zu erkennen. Je nach Betriebsstrom erreicht der Sensor eine Basistemperatur, die zum Teil deutlich über der Temperatur des Wärmebads liegt. Zum Beispiel führt ein Strom von $8 \mu\text{A}$ bereits zu einer Basistemperatur des Sensors von 25 mK.

7.2.6 Temperaturfluktuationen

In früheren Messungen an magnetischen Mikrokalorimetern wurde ein Beitrag im Rauschen des Messsignals beobachtet, dessen spektrale Verteilung zu niedrigen Frequenzen hin stark anwächst. Der Beitrag ist umso ausgeprägter, je tiefer die Temperatur des Detektors und je größer das äußere Magnetfeld gewählt wird.

Bild 7.8 zeigt die spektrale Dichte des Flussrauschens eines SQUIDs vom Typ K-SSC-003, das mit einem paramagnetischen Sensor (Au:Er, 300 ppm) bestückt ist. Die Messungen wurden in einem Magnetfeld von 3 mT und bei fünf Badtemperaturen zwischen 20 mK und 70 mK durchgeführt [Sch00].

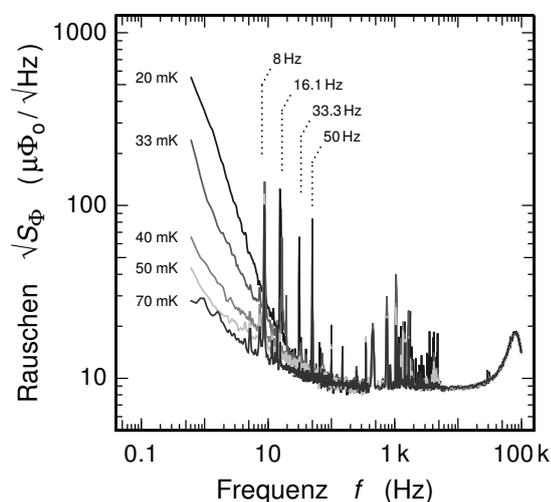


Abb. 7.8: Spektrale Dichte des magnetischen Flussrauschens eines SQUID vom Typ K-SSC-003, das mit *einem* Au:Er-Sensor (300 ppm) bestückt ist. Die Messungen wurden bei fünf Badtemperaturen zwischen 20 mK und 70 mK durchgeführt. Der SQUID-Chip befand sich während der Messung in einem Magnetfeld von $B = 3 \text{ mT}$ [Sch00].

Die Spektren zeigen zum einen diskrete Linien, die durch elektromagnetisches und akustisches Übersprechen von Vakuumpumpen, Rechnern und dem Stromnetz (50 Hz und Harmonische) verursacht wurden. Zum anderen ist jedoch der oben beschriebene Anstieg des breitverteilten Rauschens zu niedrigen Frequenzen hin deutlich zu erkennen.

Vergleichsmessungen mit demselben SQUID-Aufbau, aber ohne paramagnetischen Sensor zeigten diesen Beitrag nicht. Um zu überprüfen, ob das beobachtete Rauschen eine in-

⁶Die Details dieses Messaufbaus werden in [Sch00] diskutiert.

trinsische Eigenschaft des paramagnetischen Sensors ist, wurde das folgende Experiment durchgeführt.

Ein gradiometrisches SQUID vom Typ KSUP-10-50 (siehe Bild 7.2) wurde zunächst mit nur einem Au:Er-Sensor (900 ppm) in einer der beiden SQUID-Schleifen bestückt. In einem Magnetfeld von $B = 3 \text{ mT}$ wurde sowohl die Magnetisierung als Funktion der Temperatur als auch die spektrale Dichte des Flussrauschens bei einer Temperatur von 30 mK bestimmt. Das Ergebnis der Messung des Flussrauschens ist in Abbildung 7.9 (obere Kurve) dargestellt. Auch in diesen Daten ist der Anstieg des Rauschens zu niedrigen Frequenzen, $\sqrt{S_\Phi} \propto 1/f$, deutlich zu erkennen. Oberhalb einer Frequenz von etwa 50 Hz wird das Rauschen vom weißen Flussrauschen des SQUID-Magnetometers dominiert, das in dieser Messung einen verhältnismäßig hohen Wert von $30 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$ hatte. Der Grund hierfür ist die oben beschriebene Reduktion des Spannungshubs der SQUID-Kennlinie im Magnetfeld.

In einer zweiten Messung wurde zusätzlich die zweite Leiterschleife des gradiometrischen SQUIDs mit einem Sensor gleicher Konzentration und Größe bestückt. Wäre der Aufbau des Gradiometers inklusive Sensoren und externem Magnetfeld exakt symmetrisch, so würde sich der magnetische Fluss im SQUID als Funktion der Temperatur nicht ändern. Die entsprechende Messung ergab, dass der Aufbau eine Asymmetrie von etwa 2% besaß, d.h. die Änderung des magnetischen Flusses im SQUID entsprach nur 2% der Werte des einfach bestückten Gradiometers.

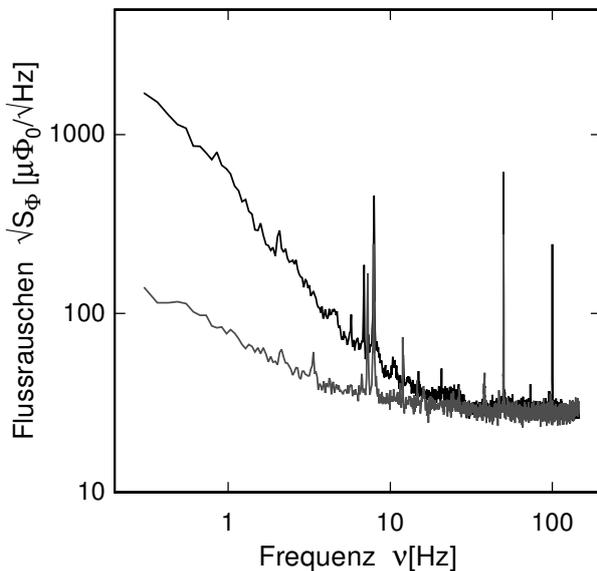


Abb. 7.9: Magnetisches Flussrauschen eines gradiometrischen SQUIDs vom Typ K-SUP-10-50, das mit Au:Er (900 ppm) Sensoren bestückt ist. Die obere Kurve entspricht einer Messung, in der nur *eine* der SQUID-Schleifen bestückt ist. Für die Messung des unteren Spektrums wurden beide SQUID-Schleifen bestückt. Der SQUID-Chip befand sich während der Messungen in einem Magnetfeld von $B = 3 \text{ mT}$ und bei einer Temperatur von $T \approx 30 \text{ mK}$.

Wäre der hier diskutierte Beitrag zum Rauschen eine intrinsische Eigenschaft des Sensormaterials, so würde man bei der gleichzeitigen Auslesung von zwei Sensoren einen um $\sqrt{2}$ erhöhten Wert erwarten, da sich die Signale inkohärent addieren würden. Das in Bild 7.9 dargestellte Ergebnis der Messung (untere Kurve) zeigt jedoch ein anderes Verhalten. Im Frequenzbereich oberhalb von 50 Hz ist das Flussrauschen ebenfalls vom Flussrauschen des SQUIDs dominiert. Zu niedrigen Frequenzen hin steigt das Flussrauschen zwar an, hat jedoch nicht die $\sqrt{2}$ -fache Amplitude der einfach bestückten Messung, sondern liegt bei

allen Frequenzen deutlich darunter. Bei Frequenzen unter 1 Hz ist das Flussrauschen des symmetrisch bestückten Aufbaus um nahezu einen Faktor 10 kleiner.

Dies legt den Schluss nahe, dass es sich bei dem hier diskutierten Rauschbeitrag nicht um intrinsische, voneinander unabhängige Fluktuationen der Magnetisierung der Sensoren handelt. Das beobachtete Verhalten lässt sich jedoch durch die Annahme erklären, dass die Temperatur der SQUID-Oberfläche zeitlich variiert. Im symmetrisch bestückten SQUID-Gradiometer bewirkt eine gleichzeitige Temperaturänderung beider Sensoren in erster Ordnung keine Änderung des magnetischen Flusses im SQUID. Im Gegensatz dazu besitzt das mit nur einem Sensor bestückte SQUID bei $B = 3 \text{ mT}$ und $T = 30 \text{ mK}$ eine Temperaturabhängigkeit des magnetischen Flusses von $0,85 \Phi_0/\text{mK}$. Da die Temperatur der Chip-Oberfläche aufgrund der Leistungsdissipation gegenüber der Temperatur des Wärmebads erhöht ist, bewirken Fluktuationen dieser Leistung auch Änderungen der Temperatur des Sensors. Sowohl das Rauschen des Betriebsstroms des SQUIDs, als auch das Strom- und Spannungsrauschen des Verstärkers tragen zu diesen Fluktuationen bei. Ein weiterer Beitrag geht vermutlich auch auf die flussmodulierte Auslesung des SQUIDs zurück, da hierbei dem Rückkoppelfluss ein Modulationsfluss mit einer Amplitude von $\Phi_0/4$ und einer Frequenz von 250 kHz aufgeprägt wird.

Da der hier diskutierte Rauschbeitrag für den symmetrischen Aufbau deutlich geringer ausfällt, wurden alle im folgenden diskutierten Messungen mit einem solchen Detektor durchgeführt. Die im nächsten Abschnitt beschriebene zweistufige SQUID-Auslesung erlaubt es außerdem das SQUID ohne Flussmodulation zu betreiben. Auch die im SQUID dissipierte Leistung kann auf diese Weise stark reduziert werden, ohne gleichzeitig zu einem erhöhten scheinbaren Flussrauschen des Magnetometers zu führen.

7.2.7 2-stufiges, direkt-gekoppeltes dc-SQUID-Magnetometer

Abbildung 7.10 zeigt das Schaltbild eines zweistufigen SQUID-Magnetometers in schematischer Form. Das primäre SQUID (links) entspricht hier dem gradiometrischen Detektor-SQUID. Das sekundäre SQUID (rechts) ist als Stromsensor ausgelegt und besitzt eine Spule, mit der ein zu messender Strom ΔI als magnetischer Fluss $\Delta\Phi_2 = M_1\Delta I$ in das SQUID eingekoppelt werden kann. Das in dieser Arbeit verwendete Stromsensor-SQUID⁷ hat eine Eingangskopplung von $1/M_1 = 0,9 \mu\text{A}/\Phi_0$. Mit Hilfe des Widerstands R_g und der Gegeninduktivität M_1 kann die Fluss-zu-Fluss-Verstärkung zwischen den beiden SQUIDs eingestellt werden.

Beide SQUIDs werden von Stromquellen mit den jeweiligen Betriebsströmen I_{b1} bzw. I_{b2} versorgt. Die über dem sekundären SQUID abfallende Spannung dient als Eingangssignal der Rückkoppelelektronik. Der Regelkreis wird hier durch Rückkopplung eines Kompensationsflusses in das primäre SQUID geschlossen.

Abbildung 7.11 zeigt die Strom-Spannungs-Kennlinie des verwendeten Detektor-SQUIDs (K-SUP-10-50) für die beiden Extremfälle $\Phi/\Phi_0 = n$ und $\Phi/\Phi_0 = n + 1/2$. Das SQUID befindet sich in einem Magnetfeld von 2,6 mT. Eine zusätzlich eingezeichnete gerade Linie

⁷Stromsensor-SQUID vom Typ 'CC-Blue' der Supracon AG, Jena.

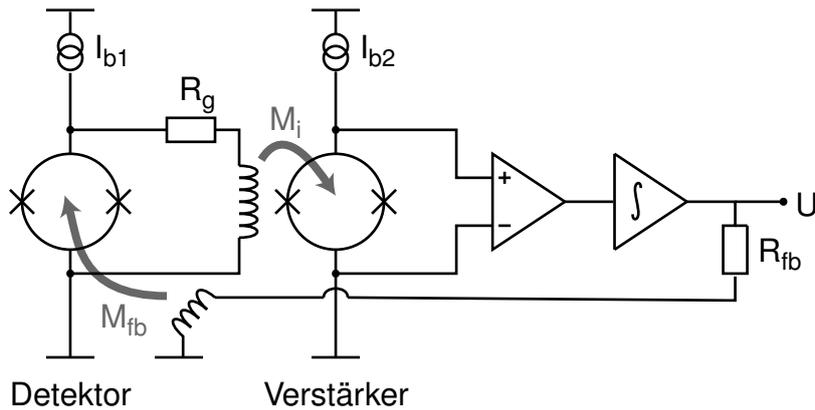


Abb. 7.10: Schematisches Schaltbild eines zweistufigen SQUID-Magnetometers mit Rückkoppelelektronik.

mit der Steigung $-R_g = -5,4 \Omega$ gibt die Orte im Strom-Spannungs-Diagramm an, die bei einer Änderung des magnetischen Flusses im SQUID überstrichen werden. Der Hub ΔI_1 dieser Fluss-Strom-Kennlinie ist umso größer, je kleiner der Widerstandswert R_g gewählt wird, und erreicht schließlich den maximalen Wert $\Delta I_1 = I_c(\Phi_0) - I_c(\Phi_0/2)$. Da sich der konstante Betriebsstrom I_{b1} auf das SQUID und die Einkoppelspule aufteilt, bewirkt eine Änderung des Stroms durch das primäre SQUID, δI_1 auch eine Änderung des Stroms in der Einkoppelspule des sekundären SQUIDs, die den gleichen Betrag jedoch umgekehrtes Vorzeichen besitzt. Diese führt zu einer Änderung des magnetischen Fluss im sekundären SQUID von $\delta \Phi_2 = M_i \delta I_1$.

In Bild 7.12 (oben) ist die Φ_2 - Φ_1 -Kennlinie einer zweistufigen SQUID-Anordnung dargestellt. Der magnetische Fluss Φ_2 im sekundären SQUID hängt auf periodische Weise vom Fluss Φ_1 im primären SQUID ab. Als Arbeitspunkt für den Rückkoppelkreis würde sich die mit einem Punkt gekennzeichnete Stelle der Kennlinie eignen. An dieser Stelle besitzt die Fluss-zu-Fluss-Verstärkung einen Wert von $G_\Phi = 4,5$. Der Widerstand R_g wurde hier so gewählt, dass der Hub des Flusses Φ_2 im sekundären SQUID etwas größer als ein Flussquant ist.

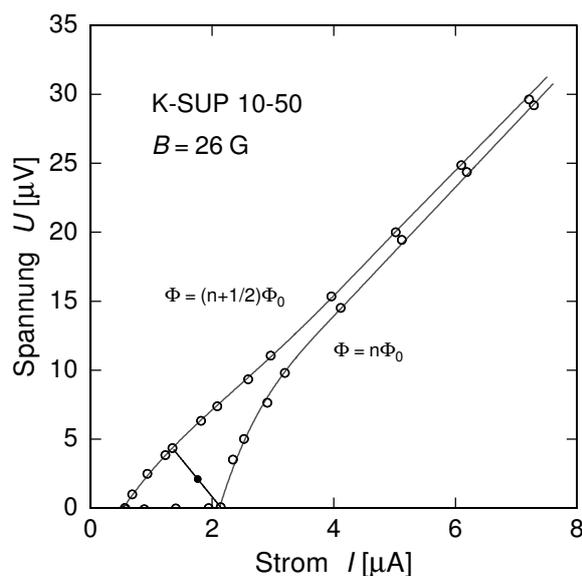


Abb. 7.11: Strom-Spannungskennlinie eines SQUIDs vom Typ K-SUP-10-50 in einem Magnetfeld von $B = 26 \text{ G}$. Die beiden Kurven entsprechen Messungen, in denen die SQUID-Schleife einen magnetischen Fluss von $n\Phi_0$ bzw. $(n + \frac{1}{2})\Phi_0$ umschließt. Die eingezeichnete Gerade stellt die zugänglichen Wertepaare (I, U) für den Fall $R_g = 5,4 \Omega$ und $I_{b1} = 2,2 \mu\text{A}$ dar.

Bild 7.12 (unten) zeigt die Gesamtkennlinie dieser Anordnung, das heißt, die über

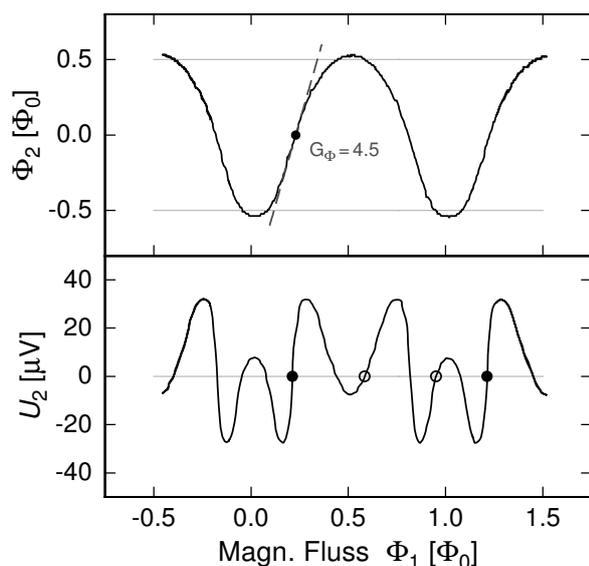


Abb. 7.12: Oben: Φ_2 - Φ_1 -Kennlinie eines primären SQUIDs. Die Fluss-zu-Fluss-Verstärkung am Arbeitspunkt ist hier $G_\Phi = 4,5$. Unten: Gesamtkennlinie der zweistufigen SQUID-Anordnung. Die Kreise geben mögliche Arbeitspunkte des Regelkreises an.

dem sekundären SQUID abfallende Spannung als Funktion des magnetischen Flusses im primären SQUID. Als Arbeitspunkt bietet sich die mit einem ausgefüllten Punkt gekennzeichnete Stelle an, da die Kennlinie dort am steilsten ist. Wie man der Darstellung entnehmen kann, existieren neben diesem Arbeitspunkt noch weitere Stellen (offene Kreise) der Kennlinie, auf die die Rückkoppelelektronik den Fluss im primären SQUID stabilisieren könnte. Die magnetischen Flüsse Φ_1 und Φ_2 zur Startzeit des Regelkreises entscheiden, auf welchen Arbeitspunkt das System stabilisiert wird.

Da sowohl das Rauschen, als auch das dynamische Verhalten des Systems an den verschiedenen Arbeitspunkten sehr unterschiedlich ist, wurde in den Messungen zur Röntgendetektion stets eine Gesamtkennlinie mit eindeutig definiertem Arbeitspunkt gewählt. Dies lässt sich erreichen, indem man den Hub des magnetischen Flusses $\Phi_2 = M_i \Delta I_1$ im sekundären SQUID auf einen Wert beschränkt, der kleiner ist als ein Flussquant Φ_0 . Damit ist jedoch auch die erreichbare Fluss-zu-Fluss-Verstärkung auf einen Wert von etwa $G_\Phi \simeq 3$ beschränkt. In Bild 7.13 ist eine Gesamtkennlinie dargestellt, wie sie typischerweise im Detektorbetrieb verwendet wurde. Das primäre SQUID (K-SUP-10-50) befindet sich in einem Magnetfeld von 2,6 mT. Der Widerstand $R_g = 5,4 \Omega$ wurde so gewählt, dass es nur einen Typ von Arbeitspunkten gibt. Die Steigung der Kennlinie am Arbeitspunkt beträgt $\partial U / \partial \Phi = 710 \mu\text{V} / \Phi_0$. Die Fluss-zu-Fluss-Verstärkung der Anordnung beträgt $G_\Phi = 2,7$.

Magnetisches Flussrauschen

Das scheinbare Rauschen des magnetischen Flusses im primären SQUID setzt sich aus einer Reihe von Beiträgen zusammen, die im Folgenden kurz aufgeführt werden. Dazu betrachten wir zunächst nur das Flussrauschen des sekundären SQUIDs. Es wurde bei einer Temperatur von $T = 2 \text{ K}$ betrieben und besitzt ein intrinsisches Rauschen von $1,6 \mu\Phi_0 / \sqrt{\text{Hz}}$. Die Steigung der Kennlinie am Arbeitspunkt beträgt $266 \mu\text{V} / \Phi_0$. Daher trägt das Eingangsspannungsrauschen der Elektronik ($0,33 \text{ nV} / \sqrt{\text{Hz}}$) mit $1,3 \mu\Phi_0 / \sqrt{\text{Hz}}$ zum scheinbaren Rauschen des sekundären SQUIDs bei. Einen weiteren Beitrag liefert das

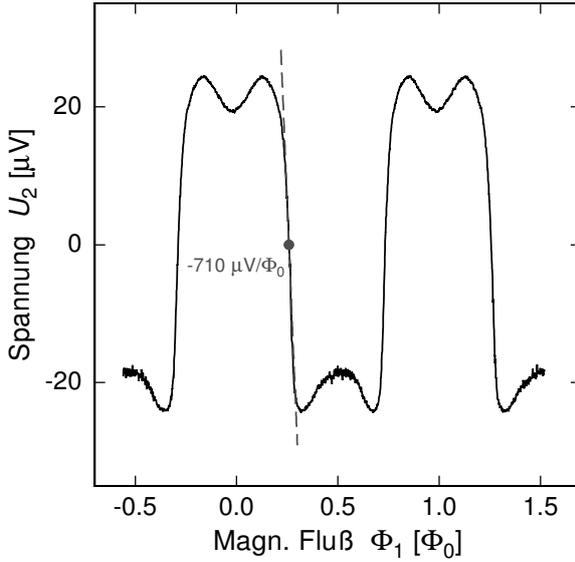


Abb. 7.13: Gesamtkennlinie eines zwei-stufigen SQUID-Magnetometers bestehend aus einem K-SUP-10-50 Detektor-SQUID und einem CCBlue-SQUID als Verstärker. Das Detektor-SQUID befindet sich in einem Magnetfeld von 2,6 mT und wird mit einem Strom von $I_{b1} = 2,2 \mu\text{A}$ betrieben. Mit $R_g = 5,4 \Omega$ wurde die Fluss-zu-Fluss-Verstärkung auf $G_\Phi = 2,7$ eingestellt.

Stromrauschen in der Einkoppelpule des sekundären SQUIDs, das auf den Widerstand R_g zurückgeht. Der Anteil ist durch $\sqrt{S_\Phi} = M_i \sqrt{4k_B T R_g} / (R_g + R_{\text{dyn}})$ gegeben, wobei R_{dyn} der dynamische Widerstand des primären SQUIDs ist. Da dieses Rauschen zu tiefen Temperature hin proportional zu \sqrt{T} abnimmt, wurde der Widerstand auf der kalten Plattform des ADR-Kryostaten bei einer Temperatur von $T = 30 \text{ mK}$ betrieben. In dieser Situation erwartet man einen Rauschbeitrag von etwa $0,35 \mu\Phi_0 / \sqrt{\text{Hz}}$. Es ist jedoch anzunehmen, dass die Temperatur der Leitungselektronen dieses Widerstands aufgrund der schwachen Elektron-Phonon-Kopplung und des Kapitza-Widerstands nicht die Temperatur des Wärmebads erreicht, und der Rauschbeitrag leicht erhöht ist.

Die Summe dieser drei statistisch unabhängigen Rauschbeiträge ergibt den Wert $\sqrt{S_{\Phi_2}} = 2,1 \mu\Phi_0 / \sqrt{\text{Hz}}$, der gut mit dem in Messungen beobachteten Wert übereinstimmt. Abbildung 7.14 zeigt das gemessene Flussrauschen des sekundären SQUIDs in Abhängigkeit von der Frequenz. Das primäre SQUID wurde während der Messung nicht mit Strom versorgt. Im Frequenzbereich von 100 Hz bis fast 1 MHz findet man ein breit verteiltes weißes Rauschen mit einer spektralen Dichte von $\sqrt{S_{\Phi_2}} = 2,25 \mu\Phi_0 / \sqrt{\text{Hz}}$. Unterhalb von 100 Hz nimmt das Rauschen zu kleinen Frequenzen hin ungefähr wie $S_\Phi \propto 1/f$ zu. Dieses sogenannte $1/f$ -Rauschen ist eine wohlbekannt und in der Literatur ausführlich diskutierte Eigenschaft von dc-SQUIDs. Es wird vor allem durch Fluktuationen des kritischen Stroms der Josephson-Kontakte und durch das Wechseln von magnetischen Flussschläuchen zwischen Pinning-Zentren in den Niob-Strukturen des SQUIDs verursacht [Cla96].

Betrachten wir nun das Flussrauschen des primären SQUIDs. Eine Messung, bei der sich das primäre SQUID und der Widerstand R_g bei einer Temperatur von $T = 30 \text{ mK}$ befindet, ergibt hierfür einen Wert von $\sqrt{S_{\Phi_1}} = 1,1 \mu\Phi_0 / \sqrt{\text{Hz}}$. Er setzt sich aus einem intrinsischen Anteil und dem, um die Fluss-zu-Fluss-Verstärkung reduzierten Flussrauschen des sekundären SQUIDs zusammen. Im hier betrachteten Fall erhält man für den Beitrag des sekundären SQUIDs einen Wert von $\sqrt{S_{\Phi_2}} / G_\Phi = 0,85 \mu\Phi_0 / \sqrt{\text{Hz}}$. Das intrinsische Flussrauschen des primären SQUIDs beträgt folglich $\sqrt{S_\Phi} = 0,65 \mu\Phi_0 / \sqrt{\text{Hz}}$.

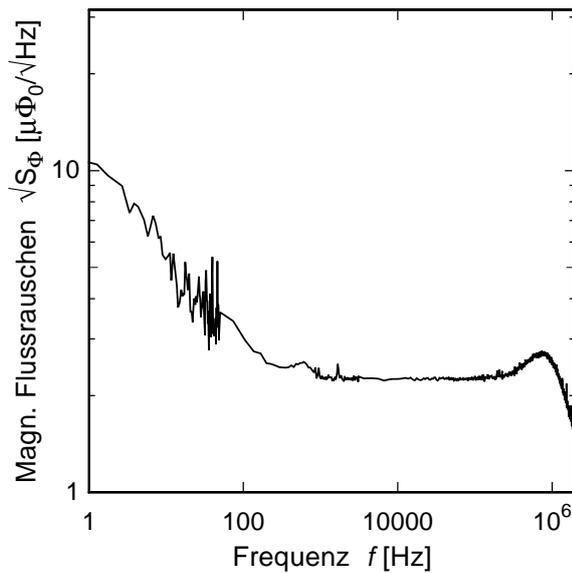


Abb. 7.14: Magnetisches Flussrauschen des sekundären SQUIDs bei einer Temperatur von $T = 2$ K (CC-Blue, Supracon). Das primäre SQUID (K-SUP-10-50) und der Widerstand R_g befinden sich bei einer Temperatur von $T \simeq 30$ mK.

Der verhältnismäßig große Anteil des sekundären SQUIDs könnte in zukünftigen Messungen durch den Einsatz von sogenannten *Series-Array-dc-SQUIDs* erheblich reduziert werden. Statt eines einzelnen SQUIDs verwendet man hierbei eine Serienschaltung von N baugleichen SQUIDs, in die über eine Einkoppelpule der zu messende magnetische Fluss eingekoppelt wird. Das Messsignal nimmt proportional zur Anzahl N zu, das Rauschen addiert sich inkohärent und wächst daher nur wie \sqrt{N} . Sowohl der Einfluss des Eingangsspannungsrauschens der Elektronik, als auch das intrinsische Flussrauschen des SQUIDs kann auf diese Weise stark verringert werden. In Zusammenarbeit mit dem der Gruppe von Herrn Dr. H.-G. Meyer vom IPHT⁸-Jena wurde bereits mit der Entwicklung von Series-Array-SQUIDs zur Auslesung von magnetischen Kalorimetern begonnen.

7.2.8 Leitungsführung

Abbildung 7.15 zeigt eine schematische Skizze der elektrischen Leitungen, die zum Betrieb des Detektors notwendig sind. Insgesamt verlaufen 14 zum Teil miteinander verdrehte Kupferdrähte im Isolationsvakuum des Kryostaten zur Bodenplatte des Heliumgefäßes, das durch Abpumpen des Helium-Gases bei einer Temperatur von $T \simeq 2$ K gehalten wird. Die Drähte verlaufen in zwei dünnwandigen Edelstahl-Kapillaren. Da Kupfer eine relativ hohe Wärmeleitfähigkeit besitzt werden die Drähte bei drei Temperaturen (77 K, 20 K und 2 K) thermisch abgefangen. Die Kapillaren sind an diesen Stellen durch Kupfergehäuse unterbrochen, an dessen Innenwand die Drähte mit einem Lack (GE-7031) angeklebt sind.

Die hellgrau unterlegten Bereiche der Skizze stellen Metallgehäuse dar, in denen sich Leiterplatten mit Leiterbahnen aus Kupfer befinden. Zwei dieser Gehäuse beinhalten SQUID-Chips (dunkelgrau). Die Gehäuse wurden aus Blei gefertigt, da Blei bei den betrachteten Temperaturen supraleitend ist und so eine gute Abschirmung äußerer Magnetfelder gewährleistet.

⁸Institut für Physikalische Hochtechnologie

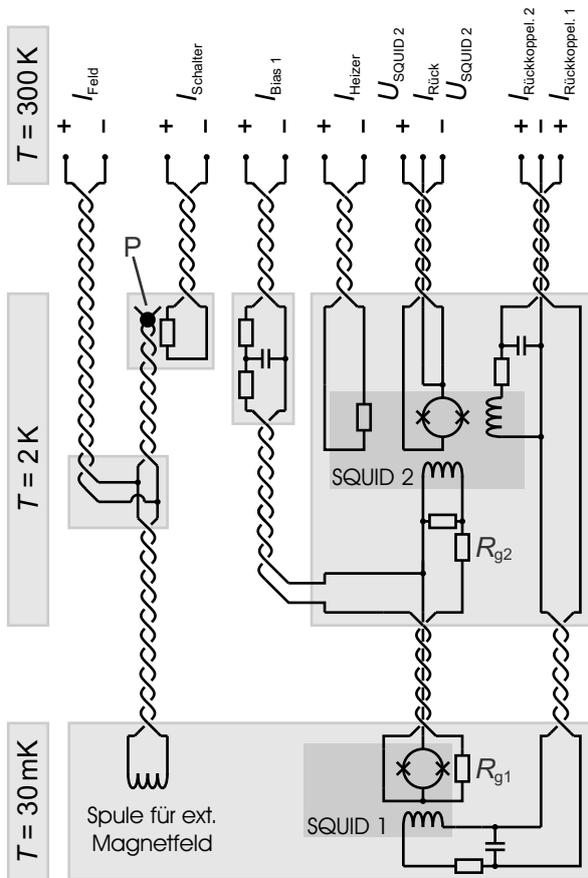


Abb. 7.15: Schematische Darstellung der Leitungsführung eines zweistufigen SQUID-Magnetometers zur Auslesung eines magnetischen Kalorimeters.

Das sekundäre SQUID wird über eine Drei-Draht-Messung ($\pm U_{\text{SQUID}2}$, I_{Rueck}) ausgelesen, um den Spannungsabfall über den Zuleitungsdrähten zu kompensieren. Der SQUID-Chip kann mit Hilfe eines Strompulses (I_{Heizer}) durch einen mikrostrukturierten Widerstand auf der Chip-Oberfläche geheizt werden, um Flussschläuche aus den supraleitenden Strukturen zu vertreiben.

Der Betriebsstrom des primären SQUIDs ($I_{\text{Bias}1}$) verläuft zunächst durch einen Tiefpass, der aus zwei $100\text{ k}\Omega$ Widerständen und einem $1\text{ }\mu\text{F}$ Kondensator besteht, und eine Abschneidefrequenz von $1,6\text{ Hz}$ besitzt. Im Gehäuse des sekundären SQUIDs wird der Strom ($I_{\text{Bias}1}$) aufgeteilt in einen Zweig, der durch das primäre SQUID geht, und einen Zweig, der durch die Einkoppelspule des sekundären SQUIDs und die Widerstände R_{g1} und R_{g2} führt. Durch die gewählte Leitungsführung ist es möglich, einen Anteil R_{g1} des Widerstandes $R_g = R_{g1} + R_{g2}$ (aus Abbildung 7.10) bei tiefen Temperaturen zu betreiben. Um das thermische Rauschen zu minimieren wurde meist $R_{g1} \gg R_{g2}$ gewählt.

Die Leitungen zwischen den beiden SQUIDs bestehen aus NbTi/CuNi⁹-Draht mit einem Durchmesser von $70\text{ }\mu\text{m}$. Die Legierungen Niob-Titan (supraleitend) und Kupfer-Nickel besitzen im betrachteten Temperaturbereich eine geringe Wärmeleitfähigkeit und bewirken daher nur einen sehr kleinen Wärmefluss ($\dot{Q} < 0,1\text{ nW}$) zur kalten Plattform des Kryostaten.

⁹Die supraleitenden Niob-Titan-Filamente sind in eine Matrix aus Kupfer-Nickel eingebettet, um das Löten des Drahtes zu ermöglichen.

Zusätzlich zu den Versorgungsleitungen der SQUIDs sind in Abbildung 7.15 (links) auch die Leitungen der Feldspule des Detektors eingezeichnet. Der supraleitende Spulendraht (NbTi/CuNi, $50\ \mu\text{m}$) verläuft ohne (normalleitende) Unterbrechung von der kalten Plattform ($T = 30\ \text{mK}$) zur 2K-Plattform des Kryostaten. An der mit 'P' gekennzeichneten Stelle sind die supraleitenden NbTi-Filamente der beiden Drahtenden über eine Punktschweißverbindung miteinander kontaktiert. Die Spule ist somit Teil eines supraleitenden Kreises, in dem ein Dauerstrom fließen kann. Dieser Strom kann über die Leitungen I_{Feld} eingespeist werden, während die mit 'P' gekennzeichnete Stelle des Kreises durch einen Heizpuls (I_{Schalter}) kurzzeitig über die Sprungtemperatur des Drahtes geheizt wird. Der auf diese Weise erzeugte Dauerstrom bleibt auch nach dem Abschalten von I_{Feld} erhalten und erzeugt ein zeitlich konstantes und rauscharmes Magnetfeld.

7.3 Signalverarbeitung

Wie bereits diskutiert, stellt die Ausleseelektronik des SQUID-Magnetometers an ihrem Ausgang ein Spannungssignal zur Verfügung, das proportional zum magnetischen Fluss im Magnetometer ist. Auf den Detektor treffende Röntgenquanten führen dabei zu pulsartigen Änderungen des Signals, deren Amplitude ein Maß für nachgewiesene Energie ist. Die nun folgenden Abschnitte beschäftigen sich mit der Aufzeichnung dieser Signale und mit der Diskussion eines Algorithmus zur 'optimalen' Datenanalyse.

7.3.1 Datenaufzeichnung

Abbildung 7.16 zeigt ein Blockschaltbild mit den zur Datenaufzeichnung verwendeten Geräten. Das Ausgangssignal der SQUID-Elektronik wird zunächst in zwei Kanäle aufgeteilt. Einer davon wird später das aufzuzeichnende Signal enthalten. Der andere wird als Triggersignal aufbereitet. Beide Signale verlaufen durch rauscharme Verstärker vom Typ SRS-560¹⁰, die zusätzlich die Möglichkeit bieten, einen Bandpassfilter mit variablen Frequenzen und einer Flankensteilheit von 6 dB/okt auf die Signale anzuwenden.

Im Fall des Triggersignals wurde von diesem Bandpass typischerweise nur der Hochpass mit einer Grenzfrequenz von 10 kHz verwendet. Die Aufgabe dieses Filters ist es, das Signal von niederfrequentem Rauschen zu befreien, und eine möglichst steile Anstiegsflanke an den Trigger-Eingang der Oszilloskop-Karte¹¹ weiterzugeben.

Auf das aufzuzeichnende Signal wurde meist ein Bandpass angewendet, dessen Hochpass typischerweise eine Grenzfrequenz von 10 Hz hatte. Er dient dazu Langzeitdriften aus dem Signal zu entfernen. Als Grenzfrequenz des Tiefpasses wurde meist der Wert $f_g = 10\ \text{kHz}$ gewählt. Diese Frequenz ist zum einen deutlich kleiner als die Samplingrate f_{sampl} des nachgeschalteten Analog-Digital-Wandlers, so dass die Nyquist-Bedingung ($f_g < f_{\text{sampl}}/2$) erfüllt ist. Zum anderen ist diese Grenzfrequenz größer als die Bandbreite, in der das Signal-zu-Rauschen-Verhältnis typischer Detektorsignale groß ist. In Kapitel 5 hatten wir

¹⁰Hersteller: Stanford Research, Sunnyvale, Ca, USA.

¹¹CompuScope SAC-8012A/PCI; Gage, Montreal, Canada.

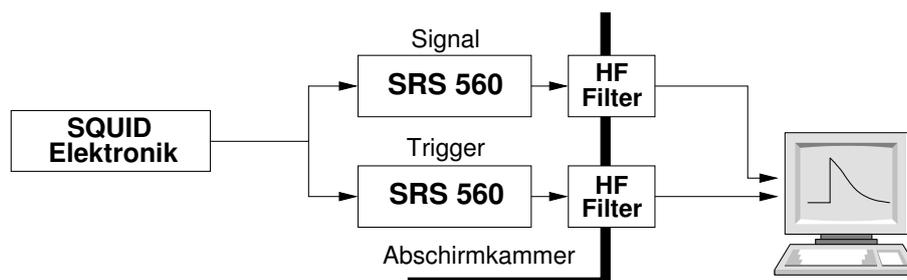


Abb. 7.16: Blockschaltbild der zur Datenaufzeichnung verwendeten Geräte.

gesehen, dass die nutzbare Bandbreite eines Detektors mit einer Anstiegszeit von $\tau_0 = 1 \mu\text{s}$ und einer Abfallszeit $\tau_1 = 1 \text{ ms}$ bei $f_{\text{eff}} \simeq 5 \text{ kHz}$ liegt¹².

Die beiden aufbereiteten Signale verlassen durch Hochfrequenzfilter das Innere der Hochfrequenz-Abschirmkammer und werden von einer Oszilloskop-Computersteckkarte digitalisiert. Der Analog-Digital-Wandler der Karte besitzt eine Auflösung von 12 Bit und kann bei Samplingraten von bis zu 50 MHz betrieben werden. Auf der Karte können zwei unabhängige Trigger-Schwellwerte definiert werden, deren Durchschreiten das Auftreten eines zu detektierenden Pulses signalisiert. In den Messungen zur Röntgendetektion wurden für jedes Röntgenquant 16384 aufeinander folgende Spannungswerte aufgezeichnet. Die Lage dieses Zeitfensters wurde so gewählt, dass die Auslösung des Triggers nach etwa 25% des Zeitfensters geschah.

Wie wir im nächsten Abschnitt sehen werden, ist es für die Datenanalyse von entscheidender Bedeutung, dass der Signalanstieg aller aufgezeichneten Signale an derselben Stelle des jeweiligen Zeitfensters liegt. Im Experiment ist dies nur bedingt zu gewährleisten. Zum Beispiel führt der feste Digitalisierungstakt (Δt_{sampl}) zu einer diskreten Zeitskala und die Zeitpunkte zu denen die aufgezeichneten Signale die Triggerschwelle durchschreiten sind gleichmäßig über einen Zeitintervall der Breite Δt_{sampl} verteilt. Der Effekt wird häufig auch Trigger-Jitter genannt, da die Signale in den aufgezeichneten Zeitfenstern hin und her 'zittern'.

Zusätzlich zu den pulsartigen Signalen, die den detektierten Röntgenquanten entsprechen, wurden in den Messungen auch Zeitfenster aufgezeichnet, in denen kein Trigger ausgelöst wurde. Diese werden im Folgenden auch *Ruhe-signale* genannt. Sie ermöglichen die Analyse des im Messsignal enthaltenen Rauschens und sind daher für den im nächsten Abschnitt vorgestellten Algorithmus zur Datenanalyse wichtig.

7.3.2 Digitale Datenanalyse

Von großer Bedeutung für die Leistungsfähigkeit des Detektors ist der Algorithmus, der den einzelnen Detektorsignalen eine Energie zuordnet. Zum einen soll er schnell sein, um eine Datenanalyse in Echtzeit zu erlauben. Zum anderen soll er die in den Signalen enthaltene

¹²Dort wurde angenommen, dass das Signal nur Rauschen enthält, das von thermodynamischen Energiefluktuationen verursacht wird. Zusätzliches weißes Rauschen verschiebt die nutzbare Bandbreite zu kleineren Frequenzen.

Information weitest möglich ausschöpfen. Der im Rahmen dieser Arbeit entwickelte und eingesetzte Algorithmus beruht auf der Idee des Optimalen Filterns und kann beiden Ansprüchen gerecht werden. Abbildung 7.17 gibt in schematischer Form einen Überblick über die einzelnen Rechenschritte des Algorithmus.

In einem ersten Schritt werden eine Reihe von Detektorsignalen gemittelt und auf diese Weise ein Musterpuls gebildet. Durch geeignete Normierung und (diskrete) Fouriertransformation lassen sich daraus die Fourierkomponenten $\tilde{p}_i = \tilde{p}(f)\Delta f$ der Punktantwortfunktion des Detektors ermitteln. Die spektrale Dichte des Rauschens, $\tilde{n}_i^2 = S_{\Phi}\Delta f$, wird aus den aufgezeichneten Ruhesignalen durch Fouriertransformation und anschließende Mittelung gewonnen.

Aus diesen Größen kann gemäß der Gleichungen (5.24)-(5.26) die Filterfunktion

$$\tilde{g}_i = \left(\sum_i \frac{|\tilde{p}_i|^2}{\tilde{n}_i^2} \right)^{-1} \frac{|\tilde{p}_i|^2}{\tilde{n}_i^2} \frac{\tilde{p}_i^*}{|\tilde{p}_i|^2} \quad (7.5)$$

berechnet werden.

Wenden wir uns nun dem zweiten Schritt des Algorithmus zu, in dem den einzelnen, verrauschten Detektorsignalen jeweils eine Energie E zugewiesen wird. Nehmen wir an, die Fourierkomponenten eines Einzelsignals seien durch die Größen \tilde{e}_i gegeben. Diesem Signal könnte über $E = \sum_i \text{Re}(\tilde{g}_i^* \tilde{e}_i)$ eine Energie E zugeordnet werden. Die Summanden entsprechen dabei den einzelnen Energieabschätzungen, $E_i = \text{Re}(\tilde{p}_i^* \tilde{e}_i) / \tilde{p}_i^* \tilde{p}_i$, die mit dem Signal-zu-Rauschen-Verhältnis $\tilde{p}_i^* \tilde{p}_i / \tilde{n}_i^2$ gewichtet wurden.

Diese Methode der Datenanalyse hätte jedoch zwei Nachteile. Zum einen müsste jedes Signal in den Frequenzraum transformiert werden, womit ein relativ großer Rechenaufwand verbunden ist. Zum anderen hätte der Algorithmus in der Praxis nicht in allen Fällen die oben diskutierte Wirkung eines Optimalen Filters, da wir in der bisherigen Diskussion die Existenz eines Trigger-Jitters vernachlässigt haben. Aufgrund dieses Effekts ist jeder Signalverlauf gegenüber dem Musterpuls um eine zufällige Zeitdifferenz $\Delta t \in [-\Delta t_{\text{sampl}}/2, +\Delta t_{\text{sampl}}/2]$ verschoben¹³. Die Zeitdifferenz Δt bewirkt eine zusätzliche Phase $\alpha_i = 2\pi f_i \Delta t$ in den komplexwertigen Fourierkomponenten \tilde{e}_i des Signals und verändert die Energieabschätzungen E_i . Für kleine Werte der Phasen α_i werden die Energieabschätzungen um $\alpha_i^2 E_i$ reduziert. Da diese Beiträge von Ereignis zu Ereignis variieren führen sie zu einer Reduktion des Auflösungsvermögens des Detektors. Betrachten wir einen Detektor, der eine effektive Bandbreite¹⁴ f_{eff} und ein Auflösungsvermögen $E/\Delta E$ besitzt. Eine Abschätzung ergibt, dass man eine Samplingrate von $f_{\text{sampl}} > f_{\text{eff}} \pi \sqrt{E/\Delta E}$ wählen müsste, um die intrinsische Auflösung nicht zu beeinträchtigen. Die Diskussion der Energieauflösung in Kapitel 5 zeigte, dass mit magnetischen Kalorimetern ein Auflösungsvermögen von $E/\Delta E > 4000$ erreichbar sein sollte. In diesem Fall müsste die Samplingrate etwa 200 mal größer sein als die effektiv genutzte Bandbreite.

¹³ Der Musterpuls wird durch Mittelung der gegeneinander verschobenen Einzelsignale erzeugt und besitzt daher nicht exakt die Form der Einzelsignale. Diese Tatsache spielt in der hier geführten Diskussion jedoch nur eine untergeordnete Rolle.

¹⁴Wie in Kapitel 5 steht der Begriff *effektive Bandbreite* hier für den Frequenzbereich $[0, f_{\text{eff}}]$ in dem das Signal-zu-Rauschen-Verhältnis vergleichsweise groß ist.

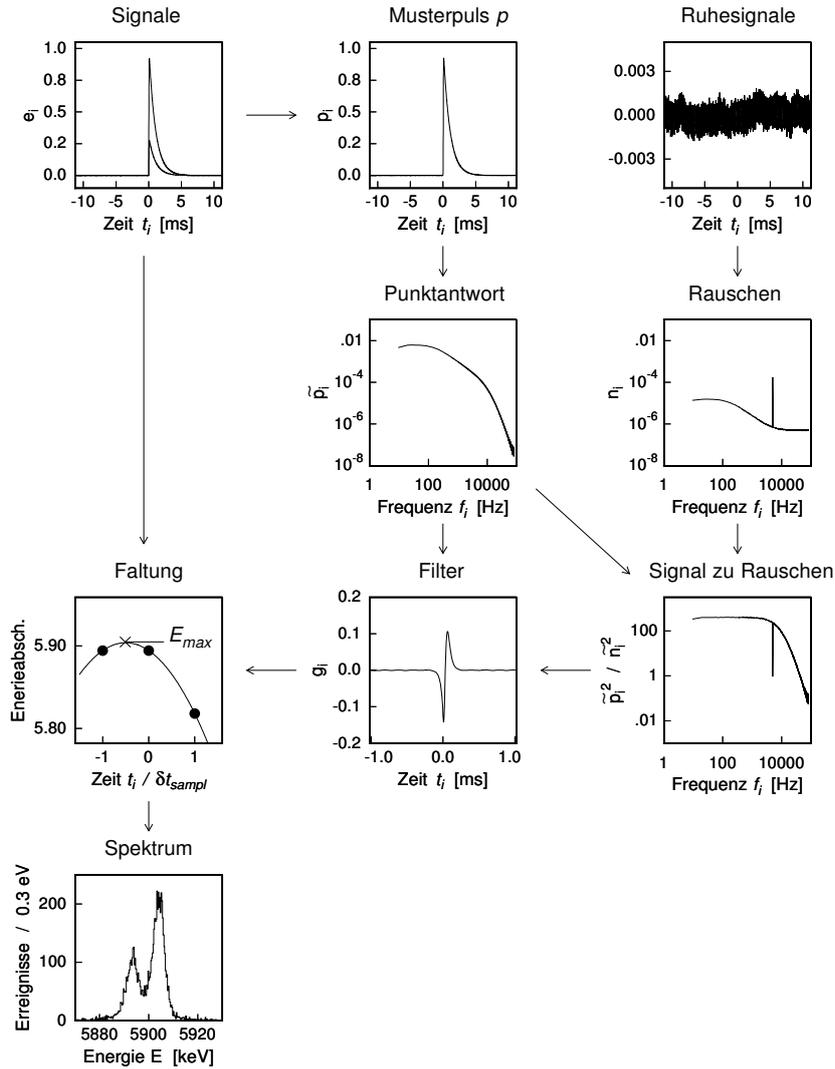


Abb. 7.17: Schematisches Flussdiagramm des Algorithmus zur Datenanalyse.

Elegantier lässt sich dieses Problem beheben, indem man nach der Generierung der Filterfunktion \tilde{g}_i in den Zeitraum zurückwechelt. Dazu wird die Filterfunktion $g = \text{DFT}^{-1} \tilde{g}^*$ durch Fourier-Rücktransformation der obigen Filterfunktion berechnet. Aufgrund der Eigenschaften der Fouriertransformation geht die Energieabschätzung $E = \sum_i \text{Re}(\tilde{g}_i \tilde{e}_i)$ in die Form

$$E = \sum_i g_i e_i \quad (7.6)$$

über. Ohne Trigger-Jitter ist dies der Maximalwert des gefilterten Signals, das sich aus der Faltung des Signals $e(t)$ mit der Filterfunktion $g(t)$ ergibt. In Anwesenheit eines Jitters Δt wird der Maximalwert zu einem um Δt verschobenen Zeitpunkt erreicht.

Um sowohl den Trigger-Jitter, als auch den 'wahren' Maximalwert der gefilterten Funktion zu ermitteln, wird das Ergebnis der Faltung an drei Stellen in der Nähe des Maximums

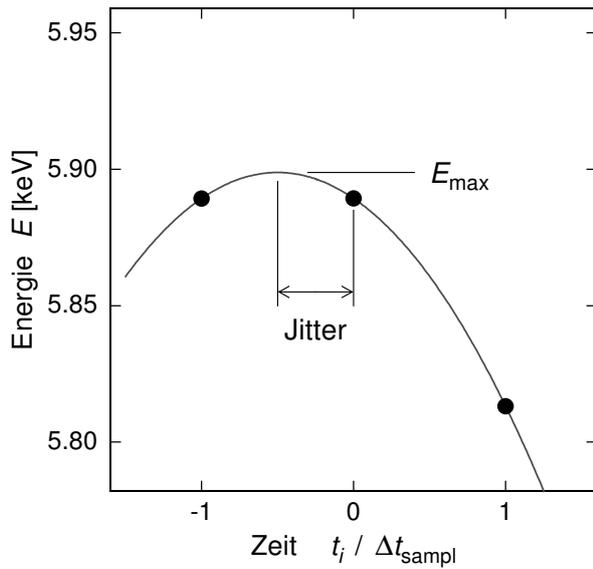


Abb. 7.18: Berechnete Wertepaare $(\delta i, E(\delta i))$ am Maximum des gefilterten Signals (Punkte). Die eingezeichnete Parabel ist durch die drei Punkte eindeutig definiert. Der Scheitelwert der Parabel, E_{\max} , wird dem zugrunde liegenden Signal als Energie zugeordnet.

ausgewertet:

$$E(\delta i) = \sum_i g_{i+\delta i} e_i \quad , \text{ mit } \delta i = -1, 0, 1 \quad . \quad (7.7)$$

Die drei Wertepaare $(\delta i, E(\delta i))$ definieren eine Parabel, deren Koordinaten am Scheitelpunkt dem Trigger-Jitter bzw. der Energie des detektierten Röntgenquants entsprechen. Abbildung 7.18 zeigt diese Parabel für den Fall, dass bei der Aufzeichnung des Signals ein Trigger-Jitter $\Delta t = \Delta t_{\text{sampl}}/2$ vorlag.

Diese Prozedur der Energiezuweisung wird für jedes der aufgezeichneten Detektorsignale durchgeführt. In einem abschließenden Schritt wird ein Histogramm der ermittelten Energiewerte berechnet. Dieses entspricht dem gemessenen Energiespektrum der detektierten Röntgenquants.

Es sei hier angemerkt, dass die Korrektur des Trigger-Jitters nur gelingt, wenn die Abtast-Bedingung $f_{\text{sampl}} > 2f_{\text{max}}$ in sehr guter Näherung erfüllt wird. Sowohl Experimente als auch Simulationsrechnungen haben gezeigt, dass ein Tiefpass mit $f_g = f_{\text{sampl}}/2$ und einer Flankensteilheit von 6 dB/okt hierfür nicht genügt. Um im Experiment zu entscheiden, ob die Bandbreite ausreichend eingeschränkt ist, hat sich folgende Faustregel als hilfreich erwiesen: Wird das Signal im 10%-90%-Bereich des Signalanstiegs mehr als 5 mal abgetastet, so ist die Korrektur des Trigger-Jitters mit der hier geforderten Genauigkeit möglich.

7.3.3 Test des Algorithmus

Mit Hilfe von synthetisierten Signalen wurde der Algorithmus in einer Reihe von experimentell relevanten Situationen getestet. Um dabei die Auflösung des verwendeten Analog-Digital-Wandlers zu berücksichtigen, wurden die Eingangssignale durch 12-bit Integer-Werte repräsentiert.

Für die Synthese der Signale wurde das idealisierte Detektormodell aus Kapitel 5 angenommen. Die Wärmekapazität der Leitungselektronen des Detektors, C_e , und die Wärme-

kapazität des Spinsystems, C_z , haben die Werte $C_e = C_z = 1 \text{ pJ/K}$. Die Zeitkonstanten besitzen die Werte $\tau_0 = 1 \text{ }\mu\text{s}$ und $\tau_1 = 1 \text{ ms}$. Die Amplitude der generierten Signale entspricht einer Energiedeposition von $5,9 \text{ keV}$. Den Signalen wurde ein Rauschen überlagert, das den thermodynamischen Energiefluktuationen bei einer Detektortemperatur von $T = 50 \text{ mK}$ entspricht. Für die Energieauflösung des Detektors erhält man über Gleichung (5.29) einen Wert von $\Delta E_{\text{TD}} = 1,4 \text{ eV}$.

Zusätzlich zu den thermodynamischen Energiefluktuationen wurde den Signalen ein weißes Rauschen bzw. eine sinusförmige Störung mit der Frequenz f überlagert. Um den im Experiment vorhandenen Trigger-Jitter in die Simulation aufzunehmen, wurde der Startpunkt der synthetisierten Signale um eine zufällige Zeit $\Delta t \in [-\Delta t_{\text{sampl}}/2, \Delta t_{\text{sampl}}/2]$ variiert. Für jeden Test wurde ein Datensatz aus etwa 1000 künstlich verrauschten Detektorsignalen und ebenso vielen Ruhesignalen generiert. Die Signale bestanden aus jeweils 16384 Zahlenwerten, die den Werten des Signals zu den Zeitpunkten $t_i = i\Delta t$ entsprechen.

Auf die Datensätze wurden zwei Algorithmen angewendet. Der erste war der oben diskutierte optimale Filter. Der zweite Algorithmus basiert nicht auf dem Konzept des optimalen Filterns. Er wurde in früheren Arbeiten zur Röntgendetektion mit magnetischen Kalorimetern verwendet und seine Eigenschaften wurden in [Fle98] diskutiert. Der Algorithmus weist einem Signal e diejenige Energie E zu, die die Summe der quadratischen Abweichungen $\chi^2 = \sum_i (e_i - Ep_i + E_0)^2$ minimiert. Die Energie E und der Offset E_0 sind freie Parameter der Optimierung. Als Ergebnis der Optimierung findet man

$$E = \frac{\sum_i e_i p_i - \sum_i e_i \sum p_i}{\sum_i p_i^2 - (\sum_i e_i)^2}, \quad (7.8)$$

mit der Punktantwortfunktion p des Detektors. Der wesentliche Unterschied zwischen diesem Ausdruck und der Amplitudenzuweisung (7.7) des optimalen Filters ist das Auftreten der Punktantwortfunktion p an Stelle der optimalen Filterfunktion g . Die effektiv genutzte Bandbreite entspricht hier dem Frequenzbereich in dem die Punktantwortfunktion \tilde{p} (anstatt des Signal-zu-Rauschen-Verhältnisses) verhältnismäßig groß ist.

Zusätzliche diskrete Störung

Um den Einfluss einer diskreten Störung auf die Energieauflösung zu untersuchen, wurde den Signalen zusätzlich eine sinusförmige Störung mit einer Frequenz f und einer relativen Amplitude¹⁵ ξ überlagert.

In einer früheren Diskussion [Fle98] der χ^2 -Methode hatte sich gezeigt, dass dominante diskrete Störungen zu einer instrumentellen Linienform führen, die sich deutlich von einer Gauß-Verteilung unterscheidet. Daher wird im Folgenden die erzielte Linienbreite anhand der Standardabweichung σ diskutiert.

Abbildung 7.19 zeigt die relative Standardabweichung $\sigma/\sigma_{\text{TD}}$ als Funktion der Störfrequenz f für zwei Störampplituden ξ mit den Werten 0,1% und 1%. Die Ergebnisse der χ^2 -Methode (offene Symbole) zeigen, dass eine diskrete Störung die Auflösung des Detektors stark degradieren kann. Ihr Beitrag zur Linienbreite ist bei denjenigen Frequenzen

¹⁵Der dimensionslose Parameter ξ gibt die Amplitude der Störung relativ zur Signalamplitude an.

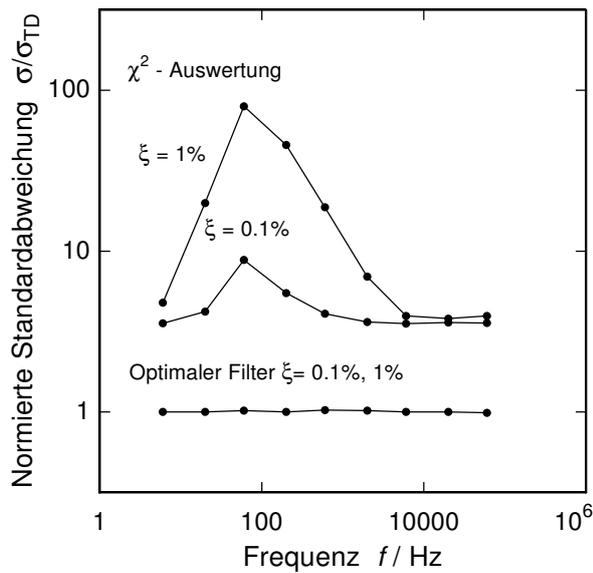


Abb. 7.19: Normierte Standardabweichung σ/σ_{TD} in Abhängigkeit von der Frequenz einer diskreten Störung für zwei Amplituden ξ .

besonders groß, bei denen auch die Punktantwortfunktion starke Frequenzkomponenten besitzt.

Im Fall des optimalen Filters hat die Anwesenheit einer diskreten Störung keinen merkbaren Effekt auf die Energieauflösung. Wegen der Art seiner Konstruktion werden diese effizient unterdrückt. Diese Eigenschaft ist für den Einsatz des Detektors von großer Bedeutung. Bemerkenswert ist jedoch auch, dass die relative Standardabweichung tatsächlich den Wert $\sigma/\sigma_{TD} = 1$ annimmt. σ_{TD} wurde mit der Beziehung 5.29 für den hier betrachteten Detektor berechnet. Das heißt, dass der Algorithmus in Kombination mit einem 12-bit-Analog-Digital-Wandler die intrinsische Auflösung eines Detektors mit $E/\Delta E \simeq 4000$ ohne weitere Verbreiterungen wiedergeben kann.

Zusätzliches weißes Rauschen

Um den Einfluss eines weißen Rauschens auf die Energieauflösung zu ermitteln, wurde den synthetisierten Signalen zusätzlich weißes Rauschen unterschiedlicher Größe überlagert.

In Kapitel 5 hatten wir gesehen, dass die intrinsische Auflösung des Detektors durch die Existenz des hochfrequenten Plateaus in den thermodynamischen Energiefluktuationen auf fundamentale Weise limitiert ist. Daher wollen wir hier die spektrale Dichte des zusätzlichen weißen Rauschens relativ zur Rauschdichte dieses hochfrequenten Plateaus mit einem dimensionslosen Parameter γ angeben.

Abbildung 7.20 zeigt das Ergebnis der Simulationsrechnungen. Für beide Algorithmen ist die relative Energieauflösung $\Delta E/\Delta E_{TD}$ gegenüber der spektralen Dichte des zusätzlichen weißen Rauschens γ aufgetragen. Man erkennt, dass beide Algorithmen bei großen Werten von γ fast die gleiche Energieauflösung erzielen. Dies lässt sich verstehen, wenn man die Definition des optimalen Filters (7.5) näher betrachtet: Für weißes Rauschen nimmt der optimale Filter die Form der Punktantwortfunktion an und verhält sich demnach wie die χ^2 -Methode.

Bei kleinen Amplituden des weißen Rauschens zeigen die beiden Algorithmen jedoch

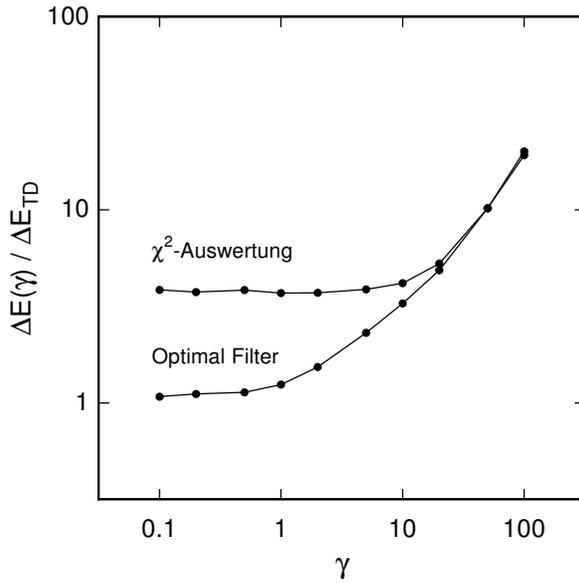


Abb. 7.20: Relative Energieauflösung $\Delta E/\Delta E_{TD}$ in Abhängigkeit von der Größe γ eines zusätzlichen weißen Rauschens.

unterschiedliches Verhalten. Mit dem optimalen Filter erreicht die Energieauflösung ΔE nahezu den theoretischen Wert ΔE_{TD} . Die beobachtete Abweichung ist kleiner als 10%. Die χ^2 -Methode bleibt im Gegensatz dazu bei einer relativen Auflösung von $\Delta E/\Delta E_{TD} = 5,6$ stehen. Dies kann durch die von den Algorithmen genutzte Bandbreite erklärt werden. Wie wir in Kapitel 5 gesehen hatten, verwendet der optimale Filter im hier betrachteten Fall eine Bandbreite von $f_{\text{eff}} = (2\pi\sqrt{\tau_0\tau_1})^{-1}$. Die χ^2 -Methode nutzt im Gegensatz dazu nur die Bandbreite des Signals, d.h. $f_{\text{eff}} = (2\pi\tau_1)^{-1}$, die um einen Faktor $\sqrt{1000}$ kleiner ist. Die erreichbare Energieauflösung ΔE ist proportional zur Wurzel aus der genutzten Bandbreite und somit um einen Faktor $1000^{1/4} \simeq 5,6$ größer.

Zusammenfassend lässt sich an dieser Stelle also sagen, dass der vorgestellte Algorithmus zur Datenanalyse bei synthetisierten Signalen das Verhalten zeigt, das man aufgrund seiner Konstruktion und theoretischer Überlegungen erwartet. In Kombination mit einem 12-bit Analog-Digital-Wandler sollte es dem Algorithmus daher möglich sein, die Energieauflösung eines Detektors mit einem Auflösungsvermögen von $E/\Delta E_{FWHM} = 4000$ ohne Einbußen wiederzugeben. Auch in Situationen, in denen dem Detektorsignal eine endliche Zahl von Störsignalen diskreter Frequenz überlagert sind.

7.4 Hochauflösende Röntgenspektroskopie

Nachdem die einzelnen Elemente der Signalkette magnetischer Kalorimeter nun eingehend diskutiert wurden, werden in den folgenden beiden Abschnitten zwei Detektor-Prototypen vorgestellt, die bereits überaus gut an potentielle Anwendungen angepasst sind.

Zunächst wollen wir dabei einen Detektor betrachten, der für die hochauflösende Röntgenspektroskopie entwickelt wurde. Ein mögliches Anwendungsgebiet dieses Detektors wäre zum Beispiel die orts aufgelöste Analyse der Elementzusammensetzung von Festkörperoberflächen. Hier würde man den Detektor in ein Elektronenmikroskop integrieren. Der Elektronenstrahl des Mikroskops regt die Atome der Oberfläche zur Röntgenfluoreszenz an.

Mit einem hochauflösenden Röntgendetektor können die charakteristischen Röntgenlinien der betrachteten Elemente von einander separiert werden. Die Intensität der nachgewiesenen Linien kann somit als Maß für die Zusammensetzung der Oberfläche genutzt werden.

7.4.1 Röntgenquelle

Für die Untersuchung der Eigenschaften des im Rahmen dieser Arbeit entwickelten Detektors stand eine gekapselte ^{55}Fe -Quelle¹⁶ mit einer Aktivität von etwa 1 mCi zur Verfügung. Das Eisen-Isotop ^{55}Fe zerfällt mit einer Halbwertszeit von 2,7 Jahren über einen Elektron-Einfang-Prozess in das Isotop ^{55}Mn . In etwa 90% der Einfang-Prozesse stammt das beteiligte Elektron aus der K-Schale. Das dabei entstehende Loch wird von einem Elektron aus einer energetisch höherliegenden Schale der Elektronenhülle des Mangan-Ions gefüllt, wobei die frei werdende Energie in Form eines Röntgenquants emittiert wird. Die Röntgenquelle besitzt daher eine Reihe charakteristischer Linien. Die Röntgenlinie mit der größten Intensität wird K_α -Linie genannt. Sie entspricht dem Übergang von der L-Schale auf die K-Schale und besitzt eine Energie von 5,9 keV. Der Übergang aus der höher liegenden M-Schale auf die K-Schale ist etwa 9 mal seltener. Die zugehörige K_β -Linie liegt bei einer Energie von 6,5 keV.

Natürlich wird dieser anfängliche Übergang von einer Kaskade von Übergängen gefolgt, bei denen das jeweils neu entstandene Loch von einem Elektron einer energetisch höherliegenden Schale gefüllt wird. Die frei werdende Energie nimmt dabei sukzessive ab, und neben der Emission von Photonen gewinnt auch die Emission von Auger-Elektronen an Bedeutung. Diese vergleichsweise niederenergetischen Röntgenquanten und Elektronen konnten in den hier diskutierten Messungen jedoch nicht beobachtet werden, da sie sehr effizient von der Kapselung der Quelle absorbiert werden.

7.4.2 Signalform

Der Aufbau des Detektors für die hochauflösende Röntgenspektroskopie wurde bereits in Abschnitt 7.1 vorgestellt, und soll hier nur kurz ins Gedächtnis zurückgerufen werden. Der Detektor besteht aus zwei Röntgenabsorbern aus hochreinem Gold (Reinheit 99,999%), die jeweils eine aktive Fläche von $150\ \mu\text{m} \times 150\ \mu\text{m}$ und eine Dicke von $5\ \mu\text{m}$ besitzen. Auf der, der Röntgenquelle abgewandten Seite der Goldfolien ist jeweils ein zylindrischer Temperatursensor aus Au:Er (300 ppm) angebracht. Die Sensoren haben eine Höhe von $20\ \mu\text{m}$, einen Durchmesser von $50\ \mu\text{m}$, und befinden sich in den beiden kreisförmigen Leiter-schleifen eines planaren, gradiometrischen SQUID-Magnetometers vom Typ KSUP-10-50 (siehe Bild 7.2). Eine dünne Schicht Silikonfett bildet den mechanischen und thermischen Kontakt zwischen den Röntgensensoren und dem Silizium-Substrat des SQUID-Chips.

In den hier diskutierten Messungen wurde der Detektor bei Temperaturen zwischen 30 mK und 35 mK auf der kalten Experimentierplattform des in Abschnitt 6.1 beschriebenen Entmagnetisierungskryostaten betrieben. Die Röntgensensoren befinden sich zusam-

¹⁶Hersteller: Amersham, AEA Technology, QSA GmbH, Braunschweig.

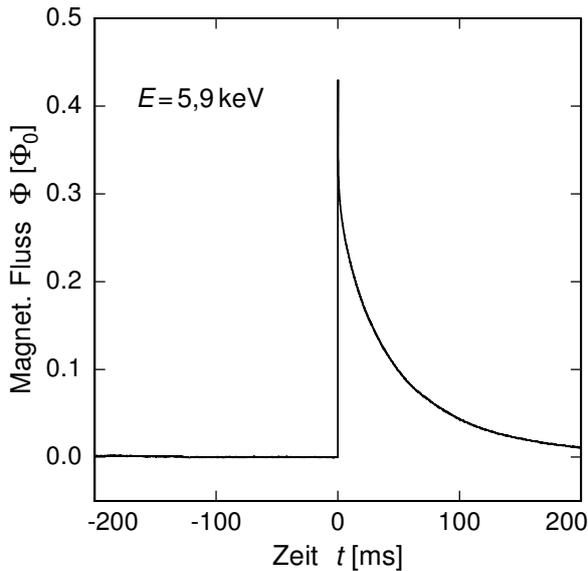


Abb. 7.21: Zeitlicher Verlauf des magnetischen Flusses im SQUID-Magnetometer nach der Absorption eines Röntgenquant der Energie $E = 5,9 \text{ keV}$ zum Zeitpunkt $t = 0$. Der paramagnetische Sensor des Detektors befand sich bei dieser Messung in einem Magnetfeld von $B \simeq 2,7 \text{ mT}$. Die Arbeitstemperatur des Detektors betrug $T \simeq 35 \text{ mK}$.

men mit dem SQUID-Magnetometer in einem Magnetfeld, für das typischerweise Werte zwischen $2,7 \text{ mT}$ und $3,0 \text{ mT}$ gewählt wurden.

Der Abstand zwischen der Röntgenquelle und dem Detektor, und die Kollimatoren im Strahlengang wurden so gewählt, dass jeweils nur einer der beiden Röntgensensoren mit Röntgenquanten beaufschlagt wurde. Die Rate der nachzuweisenden Ereignisse wurde auf einen Wert von etwa $0,3 \text{ s}^{-1}$ eingestellt.

Abbildung 7.21 zeigt den Verlauf des magnetischen Flusses im SQUID-Magnetometer, wenn zum Zeitpunkt $t = 0$ ein Röntgenquant der Energie $\Delta E = 5,9 \text{ keV}$ im Detektor absorbiert wird. Der Detektor wurde in dieser Messung in einem Magnetfeld von $2,7 \text{ mT}$ und bei einer Temperatur von 35 mK betrieben.

Nach der Absorption des Röntgenquants im Detektor verteilt sich die eingetragene Energie sehr schnell in den Systemen der Leitungselektronen und der magnetischen Momente, und der magnetische Fluss steigt auf einen Maximalwert von $\delta\Phi = 0,43\Phi_0$. Diese kurzzeitige Erwärmung des Detektors wird gefolgt von einer Phase, in der die Temperatur des Detektors wieder zu ihrem Ausgangswert relaxiert. Wie bereits in Abschnitt 3.5.2 diskutiert, können hierbei zwei Relaxationszeiten, τ_n und τ , beobachtet werden. In einer ersten Phase nimmt der magnetische Fluss mit einer Zeitkonstante $\tau_n \simeq 200 \mu\text{s}$ um etwa 20% ab, da ein Teil der eingetragenen Energie vom System der Leitungselektronen und der magnetischen Momente in das System der Kerne der Gold-Matrix fließt. Bei den hier betrachteten Betriebsparametern, $B = 2,7 \text{ mT}$ und $T = 35 \text{ mK}$, tragen diese aufgrund ihres elektrischen Quadrupolmoments etwa 20% der gesamten Wärmekapazität des Detektors (siehe Abschnitt 3.5.2). In Abbildung 7.21 ist dieser schnelle Relaxationsprozess jedoch nur als 'Spitze' im Detektorsignal zu erkennen.

Die anschließende zweite Phase der Relaxation entspricht einem Wärmefluss vom Detektor zum Wärmebad, welches hier durch das Silizium-Substrat des SQUIDs und den metallischen SQUID-Halter gegeben ist. Das Relaxationsverhalten lässt sich grober Näherung durch eine Exponentialfunktion $e^{-t/\tau}$ mit einer Zeitkonstante $\tau \simeq 60 \text{ ms}$ beschreiben.

Der genaue Verlauf folgt einer etwas komplizierteren Funktion, da die Wärmekapazität des Detektors in etwa vergleichbar mit der Wärmekapazität des Silizium-Substrats ist, und letzteres somit kein ideales Wärmereservoir darstellt. Desweiteren befinden sich zwei Sensoren auf dem Substrat, die von *einem* gradiometrischen SQUID-Magnetometer ausgelesen werden. Erwärmt sich das Substrat während der Abkühlphase des getroffenen Röntgensensors, so wird die Temperatur des nicht getroffene Sensor ebenfalls steigen, und letzterer wird durch eine Flussänderung entgegengesetzter Polarität zum Signalverlauf beitragen. Es ist daher zu erwarten, dass sich der Verlauf des Detektorsignals sehr viel besser durch eine Summe von mehreren Exponentialfunktionen beschreiben lässt.

Abschließend bleibt festzustellen, dass die Thermalisierungszeit von $\tau = 60$ ms verhältnismäßig groß ist, da der Röntgensensor die absorbierte Energie nur in Form von Phononen an das Wärmebad abgeben kann. Dabei muss die Energie zunächst von den Leitungselektronen in das System der Phononen des Detektors übertragen werden, und letztere müssen vom Au:Er-Sensor über die Klebeschicht aus Silikonfett in das Wärmebad abfließen. Die Elektron-Phonon-Kopplung und der zweifach auftretende Kapitza-Widerstand an den Grenzflächen verringern auf diese Weise den thermischen Kontakt zwischen dem metallischen Detektor und dem Wärmebad. Die Thermalisierungszeit zukünftiger Detektoren könnte deutlich verringert werden, wenn man auf das Silizium-Substrat dünne Bahnen aus Gold aufbringen würde, die sowohl zum Röntgensensor, als auch zum Wärmebad metallischen Kontakt haben. Die Thermalisierung kann dann gänzlich von den Leitungselektronen getragen werden und somit um mehrere Größenordnungen beschleunigt werden.

7.4.3 Signalthöhe

Wie wir im vorherigen Abschnitt bereits festgestellt hatten, führt ein Energieeintrag von $5,9\text{ keV}$ in den Detektor zu einer Änderung des magnetischen Flusses von $\delta\Phi = 0,43\Phi_0$. Wir wollen diese Signalgröße nun mit dem theoretisch erwarteten Wert vergleichen. Dabei können wir wie folgt vorgehen. Aus der in Abbildung 3.8 dargestellten spezifischen Wärme von Au:Er (300 ppm) und der Geometrie der paramagnetischen Sensoren können wir die Wärmekapazität der Sensoren bei den angegebenen Betriebsparametern berechnen und erhalten einen Wert von $C_{\text{sens}} = 0,96\text{ pJ/K}$ (pro Sensor). Im Vergleich dazu trägt jeder der Röntgenabsorber aus Gold nur $C_{\text{abs}} = 0,28\text{ pJ/K}$ zur Gesamtwärmekapazität bei. Das heißt, dass bei der Absorption eines Röntgenquants ein Anteil von $C_{\text{sens}}/(C_{\text{sens}} + C_{\text{abs}}) = 0,79$ der eingetragenen Energie vom Temperatursensor aufgenommen wird.

Kombinieren wir die Daten der Magnetisierungsmessungen (Abb. 3.7) und der spezifischen Wärme (Abb. 3.8) von Au:Er (300 ppm), so sehen wir, dass bei den gegebenen Betriebsparametern ($B = 2,7\text{ mT}$, $T = 35\text{ mK}$) ein Energieeintrag von $\delta E = 1\text{ keV}$ einer Änderung des magnetischen Moments von $\delta m = 1,48 \cdot 10^9 \mu_B$ entspricht.

Desweiteren können wir aus Abbildung 4.2 den Geometriefaktor ablesen, der einem Sensor mit einem Durchmesser von $50\text{ }\mu\text{m}$ und einer Höhe von $20\text{ }\mu\text{m}$ entspricht. Wir erhalten hierbei einen Wert von $G = 0,44$.

Somit stehen alle Werte zur Verfügung, um die erwartete Signalgröße für das hier

diskutierte Experiment zu berechnen. Über die bereits mehrfach verwendete Beziehung

$$\delta\Phi = \mu_0 \frac{G}{r} \delta m \quad (7.9)$$

erhalten wir mit $\delta m = 1,48 \cdot 10^9 \mu_B/\text{keV} \cdot C_{\text{sens}}/(C_{\text{sens}} + C_{\text{abs}}) \cdot \delta E$ eine Signalhöhe von $\delta\Phi = 0,66 \Phi_0$ für einen Energieeintrag von $\delta E = 5,9 \text{ keV}$. Die im Experiment beobachtete Signalgröße ist demnach um 35% kleiner als die Signalhöhe, die aus den gemessenen Eigenschaften des Sensormaterials und der Geometrie des Detektors berechnet werden kann. Diese Abweichung scheint zunächst sehr groß zu sein, sie kann jedoch verstanden werden, wenn man den Herstellungsprozess des Detektors genauer betrachtet. Der zylindrische Temperatursensor wird in die Mitte des quadratischen Röntgenabsorbers gelegt, mit der Spitze eines Ultraschall-Schweißgerätes anpresst und durch einen Ultraschallpuls mit dem Absorber verschweißt. Dabei hinterlässt die Nadel einen Abdruck im Sensor der etwa $5 \mu\text{m}$ tief ist. Desweiteren wird der kreisförmige Grundriss des Sensors zu einer Ellipse verformt, deren Halbachsen sich in ihrer Länge um typischerweise 5% bis 10% unterscheiden. Der pilzförmige Röntgensensor wird anschließend um 180 Grad gedreht und mit Hilfe von Silikonfett auf dem Silizium-Substrat des SQUID-Chips befestigt. Bei der Positionierung des Sensors wird sowohl der Sensor, als auch die Leiterschleife des SQUID-Magnetometers durch den größeren Röntgenabsorber verdeckt. Die Positionierung ist daher nur mit Hilfe des Abdrucks, den der Sensor durch das Anpressen im Röntgenabsorber hinterlässt, und weiterer Positionierungsmarken auf dem SQUID-Chip möglich. Ein Versatz zwischen Sensor und SQUID von $5 \mu\text{m}$ ist bei diesem Vorgehen nicht auszuschließen.

J. Schönefeld hat mit Hilfe von numerischen Berechnungen gezeigt (siehe Abb. 4.10 in [Sch00]¹⁷), dass der Geometriefaktor eines Sensors, der um $5 \mu\text{m}$ aus dem Zentrum verschoben ist, und der einen Abstand von $5 \mu\text{m}$ von der Substratoberfläche besitzt, um 38% verringert ist.

Die beobachtete Reduktion des Detektorsignals scheint daher eine realistische Größe zu besitzen. Die verlorenen 35% der Signalgröße könnten in zukünftigen Detektoren zum Beispiel durch die Mikrofabrikation der Röntgensensoren wiedergewonnen werden, da die Genauigkeit der Positionierung in diesen Prozessen bei weitem besser ist.

7.4.4 Energieauflösung

Um die Energieauflösung des Detektors zu untersuchen, wurden in einer weiteren Messung während einer Messzeit von 5 Stunden insgesamt etwa 8000 Röntgenquanten der oben beschriebenen ⁵⁵Fe-Quelle detektiert, und die digitalisierten Spannungswerte auf der Festplatte eines Computers aufgezeichnet. Für jedes Ereignis wurden dabei 16384 Werte mit einer Auflösung von 12 Bit aufgenommen, von denen 25 % vor dem Triggerzeitpunkt liegen.

¹⁷Dabei ist zu beachten, dass die in der angesprochenen Abbildung dargestellten Geometriefaktoren um einen Faktor 2 zu groß sind. Dies hat sich bei einer erneuten Berechnung in Zusammenarbeit mit J. Schönefeld herausgestellt.

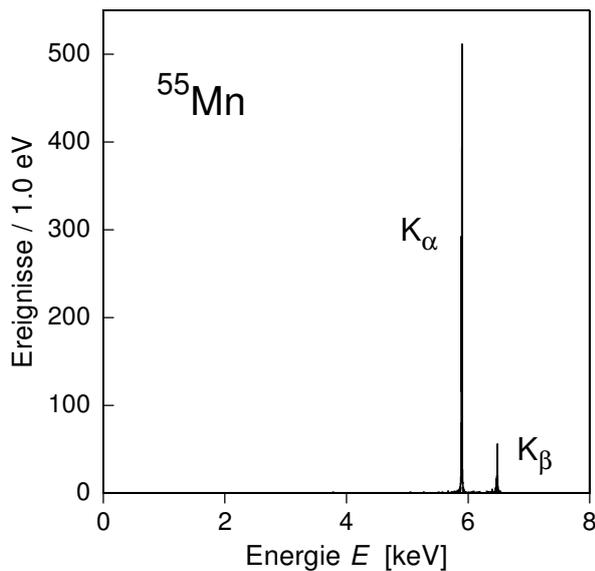


Abb. 7.22: Röntgenspektrum einer ^{55}Fe -Quelle, aufgenommen mit dem im Text beschriebenen magnetischen Kalorimeter. Deutlich zu erkennen sind die K_α -Linie (5,9 keV) und die K_β -Linie (6,5 keV) von Mangan.

Wie in Abschnitt 7.3.1 beschrieben, wurde das analoge Ausgangssignal der SQUID-Elektronik in zwei Kanäle aufgeteilt, von denen einer zu einem Triggersignal mit steilen Flanken aufbereitet wurde. Der zweite Kanal wurde mit einem Bandpass (10 Hz bis 10 kHz) gefiltert und dem Analog-Digital-Wandler zur Digitalisierung zugeführt.

Zusätzlich zu den 8000 getriggerten Detektorsignalen wurden auch 2000 Zeitfenster aufgezeichnet, in denen kein Trigger ausgelöst wurde. Diese geben das verrauschte Ruhesignal des Detektors wieder und werden bei der Berechnung der optimalen Filterfunktion eingesetzt.

Nach Beendigung der Messung wurden zunächst die Ereignisse identifiziert, die der K_α -Linie von Mangan entsprechen. Durch die Mittelung dieser Signalverläufe wird ein verhältnismäßig rauschfreier Musterpuls erzeugt, der proportional zur Punktantwortfunktion des Detektors ist. Die 2000 aufgezeichneten Ruhesignale wurden fouriertransformiert, und die so erhaltenen Rauschspektren wurden gemittelt. Aus der Punktantwortfunktion und dem Spektrum des Rauschens wurde die optimale Filterfunktion berechnet und, wie in Abschnitt 7.3.2 beschrieben, auf alle aufgezeichneten Ereignisse angewendet.

Als Ergebnis liefert der Algorithmus zur Datenanalyse für jedes Ereignis einen Zahlenwert, der die relative Signalamplitude des Signals, bezogen auf die Amplitude des Musterpulses, angibt. Das Histogramm dieser relativen Signalthöhen entspricht dem Energiespektrum der detektierten Röntgenquanten, wobei die Energieskala anhand markanter Linien im Spektrum kalibriert werden kann. Im hier betrachteten Fall wurde für die Kalibrierung die K_α -Linie verwendet.

Abbildung 7.22 zeigt das Energiespektrum von Mangan, das auf diese Weise aus den aufgezeichneten Detektorsignalen berechnet wurde. Deutlich zu erkennen sind die K_α -Linie bei einer Energie von 5,9 keV, und die etwa 9 mal schwächere K_β -Linie bei 6,5 keV. Neben diesen erwarteten Linien findet man im Spektrum nur äußerst wenige Ereignisse, die im aktiven Energiebereich des Detektors verteilt sind. Dieser Energiebereich erstreckt sich von der Triggerschwelle bei 150 eV bis zur maximal aufgezeichneten Signalthöhe, die einer

Energie von etwa 7,0 keV entspricht. Das 'saubere' Spektrum zeigt zum einen, dass die Kollimatoren im Strahlengang gut positioniert waren. Zum anderen zeigt es aber auch, dass die 5 μm dicken Röntgenabsorber eine sehr hohe Quanteneffizienz besitzen, die selbst bei einer Energie von 6 keV noch größer als 98 % ist. Wären diese Bedingungen nicht erfüllt, so gäbe es eine größere Zahl von Ereignissen, die nicht im Röntgenabsorber, sondern im Silizium-Substrat absorbiert werden. Diese würden zwar ebenfalls zu einer Temperaturerhöhung des Röntgensensors führen, allerdings mit reduzierter Signalamplitude. Derartige Ereignisse würden als zusätzliche Häufungen im Energiespektrum (bei mittleren Energien) auftreten.

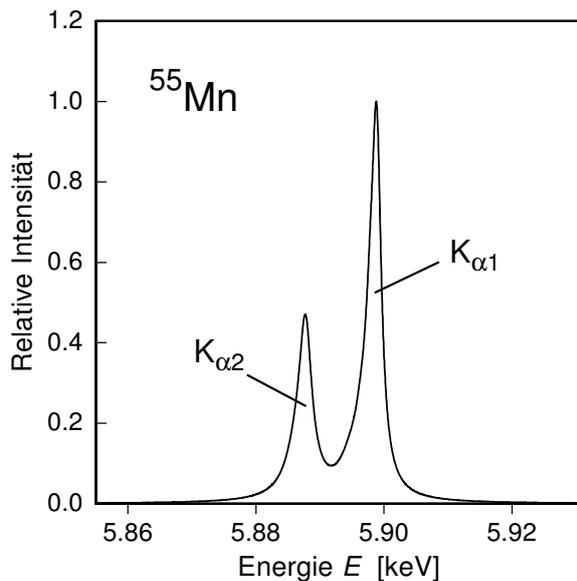


Abb. 7.23: Natürliche Linienform der K_{α} -Linie von Mangan. Für die Bestimmung der Linienform wurde ein Kristallspektrometer verwendet. Der Beitrag der instrumentellen Linienform des Spektrometers wurde rechnerisch korrigiert (nach [Höl97]). Deutlich zu erkennen ist die Feinstruktur-Aufspaltung in die beiden Linien $K_{\alpha 1}$ ($2p_{3/2} \rightarrow 1s_{1/2}$) und $K_{\alpha 2}$ ($2p_{1/2} \rightarrow 1s_{1/2}$)

Die Energieauflösung des Detektors kann zum Beispiel durch eine Analyse der Linienform der K_{α} -Linie bestimmt werden. In Abbildung 7.23 ist die natürliche Linienform der K_{α} -Linie auf einer stark vergrößerten Energieskala dargestellt. Sie wurde von G. Hölzer et al. mit Hilfe eines Kristallspektrometers gemessen [Höl97]. Wie in der Abbildung zu erkennen ist, setzt sich die K_{α} -Linie von Mangan aus zwei Linien zusammen, deren Energien sich um die Feinstruktur-Aufspaltung von etwa 12 eV unterscheiden. Die höherenergetische $K_{\alpha 1}$ -Linie entspricht dem Übergang eines Elektrons aus dem Zustand $2p_{3/2}$ mit dem Gesamtdrehimpuls $j = 3/2$ in den Zustand $1s_{1/2}$. Die $K_{\alpha 2}$ -Linie resultiert aus den Übergängen $2p_{1/2} \rightarrow 1s_{1/2}$. Beide Linien besitzen eine natürliche Linienbreite von etwa 2,5 eV.

In Abbildung 7.24 ist das Energiespektrum der K_{α} -Linie dargestellt, das mit dem hier diskutierten magnetischen Mikrokalorimeter aufgezeichnet wurde (Histogramm). Auch in diesem Spektrum sind die beiden Unterlinien der K_{α} -Linie deutlich von einander getrennt zu erkennen. Um aus der Linienform auf die Energieauflösung des Detektors schließen zu können, wurde an das gemessene Spektrum eine theoretische Kurve angepasst, die sich aus der Faltung der natürlichen Linienform mit einer Gauß-Verteilung ergibt. Dabei die Annahme gemacht, dass die instrumentelle Linienform des Detektors einer Gauß-Verteilung folgt. Verwendet man die Breite der Gauß-Verteilung als freien Parameter der Anpassung, so findet man die beste Übereinstimmung von Theorie und Experiment für eine instru-

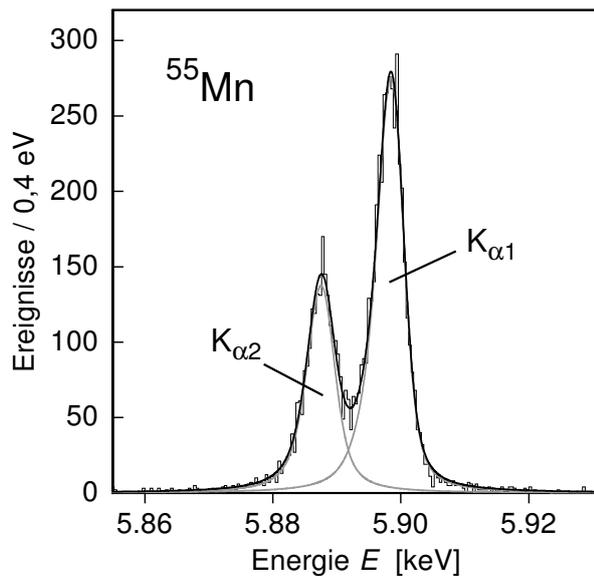


Abb. 7.24: Energiespektrum der K_{α} -Linie, gemessen mit dem im Text beschriebenen magnetischen Mikrokalorimeter (Histogramm). Die durchgezogene, schwarze Linie entspricht der Faltung der natürlichen Linienform aus Bild 7.23 mit einer Gauß-Verteilung der Breite $\Delta E_{\text{FWHM}} = 3,4 \text{ eV}$. Die beiden grauen Linien geben die Beiträge der $K_{\alpha 1}$ - und der $K_{\alpha 2}$ -Linie wieder.

mentelle Halbwertsbreite von $\Delta E_{\text{FWHM}} = 3,4 \pm 0,1 \text{ eV}$. Die zugehörige theoretische Kurve ist dem Histogramm in Abbildung 7.24 als durchgezogene Linie überlagert.

Bei einer Energie von $E_{K_{\alpha}} = 5,9 \text{ keV}$ entspricht diese Energieauflösung einem Auflösungsvermögen von $E/\Delta E \simeq 1700$. Dies ist das größte Auflösungsvermögen, das bisher mit energiedispersiven Detektoren bei der Detektion von niederenergetischen Röntgenquanten erzielt werden konnte. Der Wert kann derzeit nur durch den Einsatz von wellenlängendispersiven Detektoren, d.h. Kristallspektrometern, übertroffen werden.

7.4.5 Analyse der Energieauflösung

Die Energieauflösung eines magnetischen Kalorimeters kann durch eine Reihe von Effekten bzw. Störungen limitiert sein. Ein Teil dieser Störungen, wie zum Beispiel Vibrationen, elektromagnetisches Übersprechen oder auch das Rauschen des SQUID-Magnetometers, kann in den aufgezeichneten Signalen des Detektors erkannt werden. Um den Einfluss des gesamten elektronischen Rauschens des Detektorsignals zu ermitteln, kann man zum Beispiel wie folgt vorgehen.

Zunächst wollen wir annehmen, dass das Rauschen des Detektors stationär ist. Das soll in diesem Zusammenhang heißen, dass sich das Rauschen, das dem Signalverlauf eines detektierten Röntgenquants überlagert ist, nicht auf systematische Weise von dem Rauschen der aufgezeichneten Ruhesignale unterscheidet. Unter dieser Annahme können wir zu jedem der Ruhesignale den Verlauf des Musterpulses addieren, und auf das so generierte Signal den Algorithmus zur Signalthöhenanalyse anwenden. Als Ergebnis erhalten wir eine Reihe von Energiewerten, die um die Energie des Musterpulses verteilt sind. In Abbildung 7.25 ist das Histogramm dieser Verteilung zusammen mit einer Gauß-Verteilung gleicher Breite dargestellt. Zum einen lässt sich der Darstellung entnehmen, dass die gemessene Verteilung qualitativ gut mit einer Gauß-Verteilung übereinstimmt. Zum anderen erkennt man, dass die instrumentelle Verbreiterung, die durch das stationäre Rauschen des Detektorsignals verursacht wird, eine Halbwertsbreite von $\Delta E_{\text{FWHM}} = 3,26 \text{ eV}$ be-

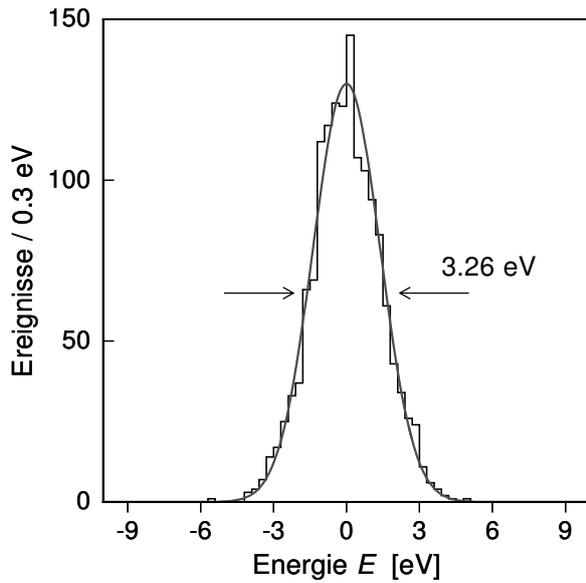


Abb. 7.25: Histogramm der Energien, die der Algorithmus den verrauschten Ruhesignalen. Die betrachteten Ruhesignale stammen aus dem in Abbildung 7.24 dargestellten Datensatz.

sitzt. Bei weitem der größte Teil der im Spektrum beobachteten Energieauflösung von $\Delta E_{\text{FWHM}} = 3,4 \text{ eV}$ kann also durch das Rauschen des Detektorsignals erklärt werden.

Im Umkehrschluss bedeutet dies, dass eine Reihe von weiteren potentiellen Verbreiterungsmechanismen in der hier diskutierten Messung nur eine untergeordnete Rolle spielten. Zu diesen zählen unter anderem:

- i)* Die mögliche Abhängigkeit der Signalamplitude vom Volumenelement des Röntgensensors, in dem das Röntgenquant absorbiert wurde.
- ii)* Kurzzeitiges oder langzeitiges Driften der Verstärkung der analogen elektronischen Komponenten.
- iii)* Schwankungen der Arbeitstemperatur des Detektors, die zu einer Variation der Signalhöhe führen.

Der Einfluss von Temperaturschwankungen auf die Energieauflösung des Detektors wurde bereits bei der Beschreibung der Temperaturregelung in Abschnitt 6.2 diskutiert. Es hat sich dabei herausgestellt, dass die beobachteten Regelschwankungen von $\sigma(T) \simeq 2 \mu\text{K}$ bei einer Arbeitstemperatur von 30 mK etwa $\Delta E_{\text{FWHM}}/E \simeq 1,6 \cdot 10^{-4}$ zur relativen Energieauflösung des Detektors beitragen. Bei der Energie der K_{α} -Linie bedeutet dies einen zusätzlichen Beitrag zur Halbwertsbreite des Detektors von $\Delta E_{\text{FWHM}} = 0,95 \text{ eV}$. Addieren wir diesen Beitrag (quadratisch) zur Energieauflösung von $\Delta E_{\text{FWHM}} = 3,26 \text{ eV}$, die sich aus dem Rauschen der Signale ergibt, so erhalten wir eine Halbwertsbreite von $\Delta E_{\text{FWHM}} = 3,4 \text{ eV}$, die sehr gut mit der im Spektrum beobachteten Breite übereinstimmt.

Zum Abschluss dieses Abschnitts wollen wir noch kurz auf die, unter Punkt *ii)* aufgelisteten Langzeitdriften eingehen. Hierfür wurde in Abbildung 7.26 die relative Signalhöhe der Ereignisse der $K_{\alpha 1}$ - und $K_{\alpha 2}$ -Linien gegenüber dem laufenden Index der Ereignisse aufgetragen. In dieser Darstellung lässt sich erkennen, dass die Höhe der aufgezeichneten Detektorsignale während der Messung um wenige zehntel Promille zunimmt. Auf welche der elektronischen Komponenten dieser Effekt zurückzuführen ist, konnte bisher noch nicht ermittelt werden. Es muss an dieser Stelle jedoch nachträglich angemerkt werden, dass die-

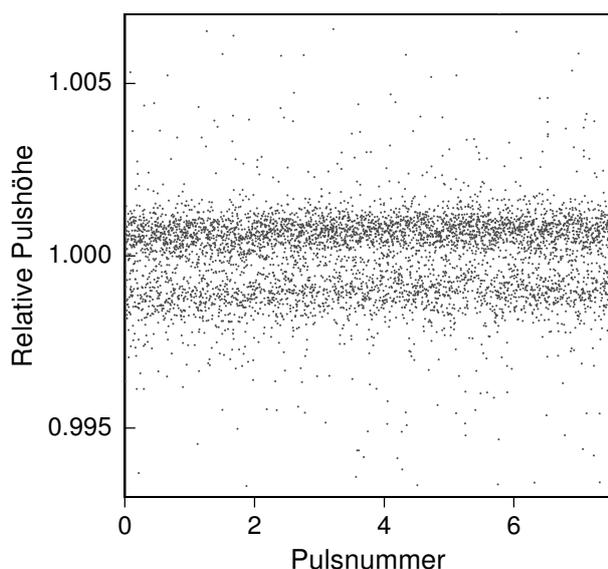


Abb. 7.26: Relative Signalthöhe der detektierten Röntgenquanten aus der $K_{\alpha 1}$ - und $K_{\alpha 2}$ -Linie von ^{55}Mn als Funktion von der Pulsnummer.

se Drift bei der Berechnung der oben gezeigten Spektren durch eine lineare Korrektur der Signalthöhen korrigiert wurde.

7.4.6 Rauschen des Detektorsignals

Die Analyse der Energieauflösung im vorherigen Abschnitt hat ergeben, dass der bei weitem größte Teil der Linienbreite des Detektor durch das Rauschen des Detektorsignals verursacht wird. Daher wollen wir im Folgenden die Beiträge zu diesem Rauschen genauer analysieren.

In Abbildung 7.27 ist die spektrale Dichte des Rauschens des magnetischen Flusses im SQUID-Magnetometer dargestellt (durchgezogene Linie). Der Detektor befand sich bei dieser Messung bei einer Temperatur von 33 mK und in einem Magnetfeld von 3,0 mT. Dies entspricht den Betriebsparametern während der Aufzeichnung der oben gezeigten Energiespektren.

Das Flussrauschen besitzt im Frequenzbereich zwischen 10 kHz und 100 kHz den nahezu konstanten Wert von $\sqrt{S_{\Phi}} = 1,4 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$. Bei höheren Frequenzen zeigt sich eine leichte Überhöhung, die auf das Verhalten der Regelung zur Flussrückkopplung der SQUID-Elektronik zurückzuführen ist. Da der zugehörige Frequenzbereich weit außerhalb der genutzten Bandbreite des Detektors liegt, wollen wir uns an dieser Stelle nicht weiter mit dieser Überhöhung des Rauschens beschäftigen. Bei Frequenzen unterhalb von 10 kHz steigt das Rauschen zu niedrigen Frequenzen hin ebenfalls an. Ein Teil dieses Anstiegs ist auf die bereits diskutierten thermodynamischen Energiefluktuationen zurückzuführen. Eine eingehende Untersuchung zeigt jedoch, dass dieser Anteil nur etwa die Hälfte des beobachteten niederfrequenten Rauschens erklärt. Um dies zu visualisieren, wurde in Abbildung 7.27 eine gestrichelte Linie eingezeichnet, die der Differenz zwischen dem beobachteten Rauschen und den erwarteten thermodynamischen Energiefluktuationen entspricht.

Es bleibt also zu klären, durch was das beobachtete weiße Rauschen und der zusätzliche Anstieg zu niedrigen Frequenzen hin verursacht wird. Betrachten wir zunächst das

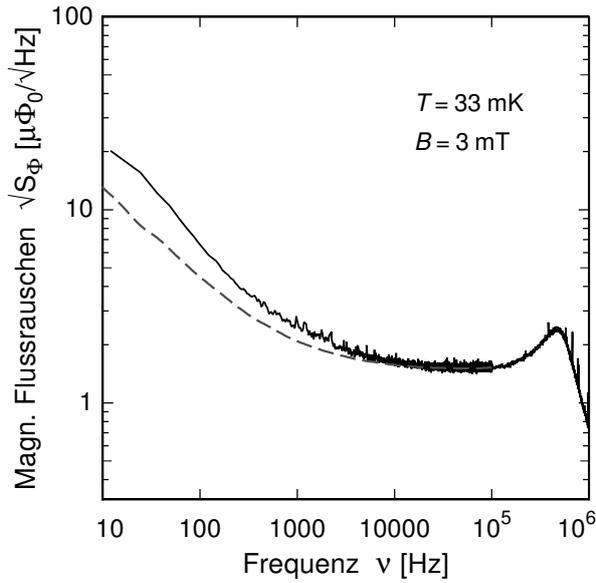


Abb. 7.27: Spektrale Dichte des magnetischen Flussrauschens des SQUID-Magnetometers im Detektionsbetrieb (durchgezogene Linie). Der Detektor befand sich während der Messung bei einer Temperatur von $T = 33$ mK und in einem Magnetfeld von $B = 3$ mT. Zum Vergleich zeigt die gestrichelte Linie die Summe aus dem beobachteten weißen Rauschen und dem niederfrequentem Anteil ($S_\Phi \propto f^{-1}$), der auch bei hohen Temperaturen und ohne externes Magnetfeld vorhanden ist.

weiße Rauschen: Eine eingehende Untersuchung des zweistufigen SQUID-Magnetometers ergab, dass das intrinsische Flussrauschen des gradiometrischen Detektor-SQUIDs etwa $\sqrt{S_\Phi} = 0,65 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$ zum weißen Rauschen beiträgt. Der Anteil des Verstärker-SQUIDs und der Ausselektronik bei Zimmertemperatur liegt bei $\sqrt{S_\Phi} = 0,85 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$. Das gesamte Rauschen des SQUID-Magnetometers ergibt sich somit zu $\sqrt{1,07} \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$. Im Vergleich zu vielen SQUID-Aufbauten ist dies zwar ein sehr guter Wert, er ist jedoch noch immer um etwa eine Größenordnung vom theoretischen Limit entfernt. Zusätzlich zum Flussrauschen des SQUID-Magnetometers trägt das magnetische Johnson-Rauschen der beiden Sensoren und Absorber mit etwa $0,9 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$ zum weißen Rauschen des Detektors bei. Zusammen ergeben diese Anteile den beobachteten Wert von $1,4 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$.

Im Gegensatz zum weißen Rauschen fällt die Zuordnung des beobachteten zusätzlichen Beitrags zum niederfrequenten Anstieg des Rauschens sehr viel schwerer. Zunächst können wir den in Abbildung 7.27 dargestellten Daten (gestrichelte Linie) entnehmen, dass dieser Beitrag zum Rauschen in guter Näherung der Beziehung $\sqrt{S_\Phi} \propto 1/\sqrt{f}$ folgt. Desweiteren ergaben Messungen, bei denen der Detektor bei höheren Temperaturen und ohne äußeres Magnetfeld betrieben wurde, dass dieser Beitrag zum Rauschen in einem Temperaturbereich von 33 mK bis 2 K unabhängig von der Temperatur ist. Abbildung 7.28 zeigt das Ergebnis dieser Messungen. Der niederfrequente Anstieg des Rauschens bleibt in diesen Messungen unverändert, während das weiße Rauschen aufgrund des zunehmenden magnetischen Johnson-Rauschens mit zunehmender Temperatur anwächst.

In der Literatur wird häufig von einem zusätzlichen niederfrequentem $1/f$ -Beitrag im Flussrauschen von SQUID-Magnetometern berichtet (siehe z.B. [Wel87]). In den hier betrachteten Messungen kann das beobachtete Rauschen nicht alleine auf das SQUID-Magnetometer zurückgeführt werden, da der beobachtete Anstieg des Rauschens zu niedrigen Frequenzen hin von der Bestückung des SQUIDs abhängt. So ergaben erste Messungen, bei denen sich Au:Er-Sensoren unterschiedlicher Konzentration in der Leiterschleife des SQUIDs befanden, dass der niederfrequente Beitrag zum Rauschen in etwa proportio-

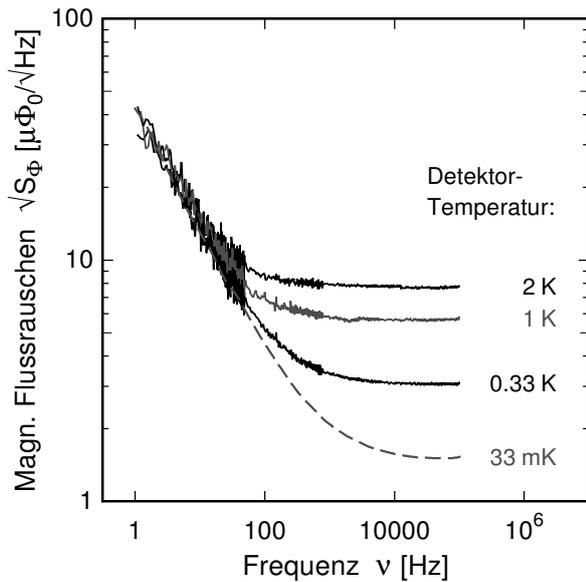


Abb. 7.28: Spektrale Dichte des magnetischen Flussrauschens bei drei Temperaturen (durchgezogene Linien). Die Messungen wurden ohne externes Magnetfeld durchgeführt. Das SQUID-Magnetometer war mit zwei Au:Er-Sensoren (300 ppm) bestückt. Die gestrichelte Linie ist die Summe aus dem im Detektorbetrieb beobachteten weißen Rauschen und dem niederfrequentem Anteil ($S_{\Phi} \propto f^{-1}$) der übrigen drei Spektren.

nal zur verwendeten Erbium-Konzentration ist. Vor allem zeigte die Messung eines leeren SQUID-Magnetometers einen niederfrequenten Anstieg des Rauschens, der um fast eine Größenordnung kleiner als der hier diskutierte war.

Es spricht daher viel für eine Interpretation, bei der das beobachtete $1/f$ -Rauschen von den magnetischen Momenten der Au:Er-Sensoren verursacht wird. Diese Interpretation wird prinzipiell auch von der allgemeinen Feststellung gestützt, nach der magnetische Systeme im Spinglas-Zustand und auch bei Temperaturen in der Nähe des Übergangs zum Spinglas ein niederfrequentes Rauschen aufweisen, dessen Leistungsspektrum der Beziehung $S \propto f^{-\alpha}$ mit $\alpha \simeq 1$ folgt. Bei diesem Vergleich ist jedoch zu beachten, dass das hier beobachtete Rauschen in einem Temperaturbereich, der zwei Größenordnungen überstreicht, unabhängig von der Temperatur ist. Selbst bei einer Temperatur von 4,2 K wurde dieser Beitrag zum Rauschen beobachtet. Diese Temperatur ist um nahezu vier Größenordnungen größer als die Spinglas-Temperatur des Materials Au:Er (300 ppm). Es konnten bisher in der Literatur keine Berichte über Messungen gefunden werden, in denen das bei tiefen Temperaturen beobachtete Rauschen über einen vergleichbaren Temperaturbereich unabhängig von der Temperatur ist. Typischerweise ist die Amplitude des Rauschens in diesen Messungen innerhalb des Spinglas-Zustands konstant und nimmt bei Temperaturen oberhalb der Spinglas-Temperatur rapide ab. Es ist daher möglich, dass dem hier beobachteten Rauschen nicht derselbe Mechanismus zugrunde liegt.

Eine klare Schlussfolgerung ist an dieser Stelle leider nicht möglich. Für die Weiterentwicklung magnetischer Kalorimeter wäre es jedoch sehr hilfreich, wenn durch zukünftige Messungen die Ursache dieses Rauschbeitrags geklärt werden könnte. Zu einem tieferen Verständnis könnten hierbei eine genauere Quantifizierung der Konzentrationsabhängigkeit des Rauschens und eine Untersuchung weiterer paramagnetischer Legierungen beitragen.

Zum Abschluss dieses Abschnitts wollen wir nun den Einfluss der einzelnen Rauschbeiträge auf die Linienbreite des Detektors betrachten. Dazu wurden Simulationsrechnun-

gen durchgeführt, in denen dem Musterpuls der oben diskutierten Messung die jeweiligen Anteile des Rauschens überlagert wurden. Beginnen wollen wir jedoch mit der Berechnung der Energieauflösung, die das vereinfachte Detektormodell aus Kapitel 5 vorhersagt. Wäre die Energieauflösung nur durch die Energiefluktuationen zwischen den magnetischen Momenten, den Leitungselektronen und dem Wärmebad gegeben, so hätte der hier betrachtete Detektor mit zwei Röntgensensoren eine erwartete Energieauflösung von etwa $\Delta E_{\text{FWHM}} = 0,3 \text{ eV}$. Das Modell aus Kapitel 5 ist jedoch stark idealisiert, da es zum Beispiel das System der Gold-Kerne mit deren Beitrag zur Wärmekapazität vernachlässigt. Die Berücksichtigung dieses Systems verschlechtert die Auflösung um zirka 20%. Aber selbst dieser Wert ist vernachlässigbar gegenüber der, im Experiment beobachteten Energieauflösung. Diese wird zu etwa gleichen Teilen durch das niederfrequente Rauschen ($\Delta E_{\text{FWHM}} = 2,0 \text{ eV}$) und das weiße Rauschen ($\Delta E_{\text{FWHM}} = 2,5 \text{ eV}$) bestimmt. Für eine zukünftige Steigerung des Auflösungsvermögens magnetischer Kalorimeter sollte daher vor allem das weiße Rauschen des SQUID-Magnetometers verbessert werden. Aber auch eine Reduktion des magnetischen Johnson-Rauschens und des niederfrequenten Rauschbeitrags würde sich direkt auf die Energieauflösung niederschlagen. Eine Verbesserung des SQUID-Rauschens um nahezu eine Größenordnung sollte durch den Einsatz eines Series-SQUID-Arrays als Verstärker-SQUID ohne weiteres erreichbar sein, da man auf diese Weise das Flussrauschen tatsächlich auf das intrinsische Flussrauschen des primären SQUIDs senken kann.

7.4.7 Analyse der chemischen Zusammensetzung mittels hochauflösender Röntgenspektroskopie

Durch den Nachweis der charakteristischen Röntgenlinien kann in Röntgenfluoreszenzmessungen auf die Elementzusammensetzung einer Probe geschlossen werden. Werden beim Nachweis der Röntgenfluoreszenzstrahlung hochauflösende Detektoren verwendet, so kann neben der Zusammensetzung der Elemente auch deren chemischer Bindungszustand analysiert werden.

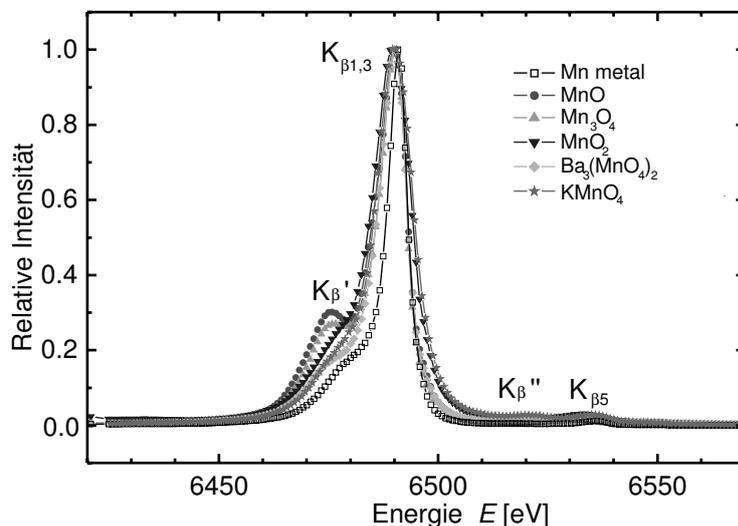


Abb. 7.29: Röntgenfluoreszenzspektrum der K_{β} -Linie von Mangan in verschiedenen chemischen Verbindungen (nach [Sak03]).

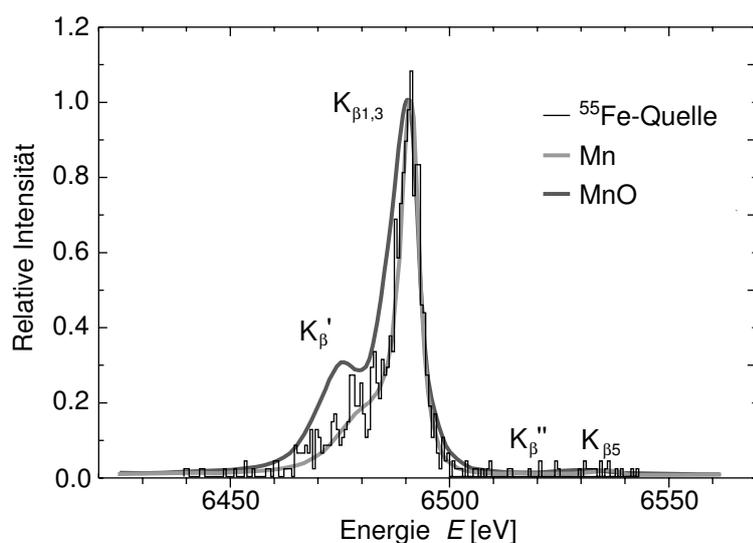


Abb. 7.30: Energiespektrum der K_β -Linie von ^{55}Mn , gemessen mit dem im Text beschriebenen magnetischen Kalorimeter (Histogramm). Die nachgewiesenen Röntgenquanten stammen aus einer metallischen ^{55}Fe -Quelle. Zum Vergleich sind Röntgenfluoreszenzspektren von metallischem Mangan und Manganoxid aus Abbildung 7.29 dargestellt.

Dies wurde unter anderem von K. Tsutsumi [Tsu76] und K. Sakurai [Sak03] für Mangan-Verbindungen gezeigt. Im Fall von Mangan hat der chemische Bindungszustand vor allem auf die Linienform der K_β -Linie merklichen Einfluss. In Abbildung 7.29 sind die Röntgenfluoreszenzspektren der K_β -Linie von verschiedenen chemischen Verbindungen von Mangan dargestellt (nach [Sak03]). Deutlich zu erkennen ist, dass die Intensität der Satelliten-Linie $K_{\beta'}$, die zum Teil nur eine niederenergetische Schulter der K_β -Linie bewirkt, stark vom Bindungszustand der Mangan-Atome abhängt.

Die physikalische Ursache für das Auftreten dieser Satelliten-Linie ist jedoch nicht geklärt. Als mögliche Gründe werden eine Austauschwechselwirkung des agierenden Elektrons aus dem 3p-Orbitals mit den 3d-Elektronen oder auch die Anregung von Plasmomen diskutiert [Sak03]. Da eine ähnliche Satelliten-Linie auch bei Kupfer zu beobachten ist, scheint auch eine Interpretation plausibel, bei der die niederenergetische Satelliten-Linie durch sogenannte Zuschauer-Elektronen verursacht wird. So konnte zum Beispiel für Kupfer durch Berechnungen gezeigt werden, dass ein fehlendes Elektron im 3d-Orbital während des $3p \rightarrow 1s$ Übergangs sehr gut die Lage des niederenergetischen Satelliten $K_{\beta'}$ wiedergibt [Deu95].

Auch wenn an dieser Stelle nicht geklärt werden kann, warum die Linienform der K_β -Linie von Mangan vom chemischen Bindungszustand abhängt, wollen wir diese Tatsache nutzen, um anhand des gemessenen Energiespektrums den chemischen Zustand der ^{55}Fe -Quelle zu analysieren, die in den Messungen eingesetzt wurde. Hierfür ist in Abbildung 7.30 das gemessene Spektrum der K_β -Linie (Histogramm) gemeinsam mit den Linienformen von metallischem Mangan und Manganoxid (durchgezogene Linien) dargestellt. Ein Vergleich der Linienformen zeigt, dass das gemessene Spektrum eindeutig dem Spektrum von metallischem Mangan entspricht. Beachtet man des weiteren, dass die K_β -Linie einer metallischen ^{55}Fe -Quelle und das Röntgenfluoreszenzspektrum der K_β -Linie von metallischem Mangan dieselbe Linienform besitzen [Sch67], so können wir aus der Messung schließen, dass die verwendete ^{55}Fe -Quelle in metallischer Form vorliegt. Auch wenn dies aufgrund ihrer Kapselung nicht anderweitig überprüft werden kann.

Zwei Punkte sind an dieser Stelle zu betonen. Beim Vergleich der Linienformen in Abbildung 7.30 wurde die im Rahmen dieser Arbeit gemessene Linienform direkt mit natürlichen Linienformen verglichen. Betrachtet man die Spektren der beiden metallischen Proben, so stellt man fest, dass die Breite der dargestellten Röntgenlinien nahezu gleich ist. Das bedeutet, dass die Energieauflösung des hier diskutierten magnetischen Mikrokalorimeters bereits ausreicht, die natürliche Linienform der K_{β} -Linie nahezu unverfälscht wiederzugeben.

Der zweite Punkt bezieht sich auf eine potentielle Anwendung des Detektors. Wie bereits in der Einleitung dieser Arbeit erwähnt, ermöglicht die Kombination aus einem hochauflösenden Mikrokalorimeter und einem Raster-Elektronen-Mikroskop den orts aufgelösten Nachweis der Elementzusammensetzung von Festkörperoberflächen. Dabei wird an jedem Ort der Oberfläche ein Spektrum der angeregten Röntgenfluoreszenzstrahlung aufgezeichnet. Aufgrund der charakteristischen Röntgenlinien der Elemente kann so auf die Elementzusammensetzung geschlossen werden. Wie wir am gerade diskutierten Beispiel der K_{β} -Linie gesehen haben, ist es durch den Einsatz von hochauflösenden Detektoren nicht nur möglich die vorhandenen Elemente zu identifizieren, sondern auch deren chemischer Bindungszustand kann aufgrund der beobachteten Linienform analysiert werden. Diese zusätzliche Information dürfte z.B. für die Prozessüberwachung in der Halbleiter-Industrie von großem Interesse sein.

7.5 Detektor-Prototyp für die Messung der absoluten Aktivität in der Metrologie

In vielen Anwendungen von Teilchendetektoren in der Metrologie werden diese für die Bestimmung der absoluten Aktivität einer Probe eingesetzt. Typische Beispiele hierfür sind die Charakterisierung von radioaktivem Abfall und die Analyse von radioaktiven Präparaten für die Krebstherapie. Zum Teil sind derartige Messungen äußerst komplex, da die verwendeten konventionellen Detektoren (Ionisationsdetektoren, flüssige Szintillationsdetektoren, u.a.) meist nur für eine bestimmte Strahlungsart und in einem endlichen Energieintervall eine hohe Quanteneffizienz besitzen. Für die vollständige Charakterisierung einer Probe müssen daher oft eine Vielzahl von Einzelmessungen mit verschiedenen Detektortypen durchgeführt werden, wobei sich die Messfehler der Einzelmessungen aufsummieren.

Im Gegensatz zu den meisten konventionellen Detektoren basiert das Detektionsprinzip von kalorimetrischen Tieftemperaturdetektoren nicht auf der Ionisation des absorbierenden Materials. Es sollte daher möglich sein, auf der Basis von magnetischen Mikrokalorimetern einen Detektor zu entwickeln, der für unterschiedliche Strahlungsarten und in einem großen Energiebereich eine gleichbleibend hohe Quanteneffizienz besitzt.

Um die Einsetzbarkeit magnetischer Kalorimeter auf diesem Gebiet der Metrologie zu überprüfen, wurde in Zusammenarbeit mit E. Leblanc und M. Loidl vom Laboratoire National Henri Becquerel ein Detektor-Prototyp entwickelt, mit dem es möglich ist, alle Zerfallsereignisse eines radioaktiven ^{55}Fe -Präparats mit einer Quanteneffizienz von über

99,9 % nachzuweisen.

7.5.1 Detektoraufbau

Abbildung 7.31 zeigt ein schematisches Schnittbild dieses Detektors. Um zu gewährleisten, dass nahezu alle Zerfälle des radioaktiven Präparats nachgewiesen werden können, muss der Absorber zum einen den gesamten Raumwinkel um die Probe abdecken und zum anderen eine ausreichende Dicke besitzen. Daher wurde das radioaktive ^{55}Fe in Form einer wässrigen FeCl_3 Lösung auf eine $10\ \mu\text{m}$ Gold-Folie aufgebracht und eingetrocknet. Die resultierenden Kristallite wurden mit einer zweiten Gold-Folie gleicher Dicke abgedeckt. Die beiden Folien wurden anschließend gemeinsam auf eine Gesamtdicke von $18\ \mu\text{m}$ ausgewalzt und auf diese Weise mechanisch miteinander verbunden. Die beidseitige Absorberdicke von $9\ \mu\text{m}$ entspricht einer Quanteneffizienz von über 99,9 % für Röntgenquanten im Energiebereich bis $6,5\ \text{keV}$. Aus dieser Gold-Folie mit integrierter Quelle wurde ein rechteckiges Stück mit den Maßen $100\ \mu\text{m} \times 200\ \mu\text{m}$ ausgeschnitten und durch eine Ultraschall-Schweißverbindung mit einem zylindrischen Temperatursensor (Au:Er , 900 ppm) verbunden. Die Höhe des Sensors betrug $20\ \mu\text{m}$. Der Sensor hatte einen Durchmesser von $60\ \mu\text{m}$ und war somit etwas größer als die kreisförmige Leiterschleife des SQUID-Magnetometers vom Typ KSUP-10-50 (siehe Bild 7.2). In dieser Messung wurde nur eine der beiden Leiterschleifen des gradiometrischen SQUIDs mit einem Sensor bestückt. Das primäre SQUID wurde, wie in den bereits diskutierten Messungen, über ein Stromsensor-SQUID vom Typ CC-Blue ausgelesen.

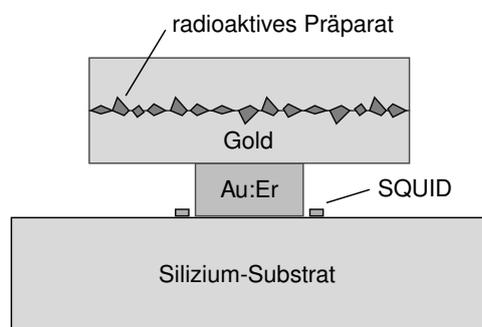


Abb. 7.31: Schematisches Schnittbild eines Detektors zum Nachweis aller Zerfälle eines radioaktiven $^{55}\text{FeCl}_3$ Präparats.

7.5.2 Elektron-Einfang-Prozesse des Isotops ^{55}Fe

Bevor wir uns dem gemessenen Energiespektrum zuwenden, wollen wir uns an dieser Stelle kurz überlegen, welche Linien aufgrund der hier gewählten Detektorgeometrie zu erwarten sind. Wie in Kapitel 7.4.1 beschrieben wurde, geht ^{55}Fe durch einen Elektronen-Einfang-Prozess in das Isotop ^{55}Mn über. Das am Übergang beteiligte Elektron kann aus der K-, der L-, oder der M-Schale stammen. Nach dem Einfang-Prozess befindet sich also in einer dieser Schalen ein Loch, das durch eine Kaskade von Elektronen-Übergängen aus den energetisch höherliegenden Schalen gefüllt wird. Die bei den Übergängen frei werdende Energie wird in Form von Photonen und Auger-Elektronen emittiert. Die Summe aller Übergangsenergien einer Kaskade entspricht dabei jeweils der Bindungsenergie des ursprünglich am

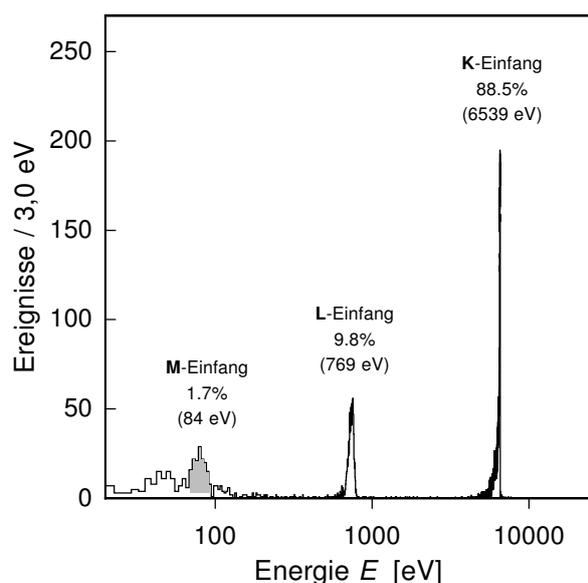


Abb. 7.32: Spektrum der nachgewiesenen Energien der Elektron-Einfang-Prozesse einer ^{55}Fe -Quelle, die vom Röntgenabsorber gänzlich umschlossen ist. Man beachte die logarithmische Energieskala. Klar zu erkennen sind drei Linien bei 6,54 keV, 770 eV und 84 eV, die dem Elektron-Einfang aus der K-, der L-, bzw. der M-Schale entsprechen. Die grau schattierte Fläche im Bereich der M-Linie entspricht der erwarteten Anzahl an Ereignissen, d.h. 1,7% der in den erwarteten Linien nachgewiesenen Ereignisse.

Elektronen-Einfang beteiligten Elektrons. Da die Dauer jeder Kaskade um Größenordnungen kürzer als die Signalanstiegszeit des Detektors ist, und da die Geometrie des Detektors eine Thermalisierung aller Photonen und Elektronen gewährleisten sollte, erwarten wir im gemessenen Energiespektrum drei dominante Linien, die den Bindungsenergien der K-, L-, und M-Elektronen entsprechen. Diese decken einen vergleichsweise großen Energiebereich ab, der sich von 84 eV für die M-Schale über 769 eV (L-Schale) bis zu 6539 eV (K-Schale) erstreckt.

In der Messung wurde die Menge an eingesetztem ^{55}Fe so gewählt, dass die Rate der nachzuweisenden Ereignisse bei etwa $0,3\text{ s}^{-1}$ lag. Der Detektor wurde bei einer Temperatur von 27 mK und in einem Magnetfeld von 3,3 mT betrieben. Die Aufnahme und Analyse der Detektorsignale wurde nach der bereits diskutierten Vorgehensweise durchgeführt. Im Vergleich zu den oben beschriebenen Messungen zur Röntgenspektroskopie war die Sensitivität des Detektors, d.h. die Signalgröße pro Energieeintrag, etwa 4 mal kleiner. Dies ist vor allem eine Folge der größeren Wärmekapazität des hier eingesetzten Röntgenabsorbers, und der Größe des paramagnetischen Sensors, die nicht ideal auf das SQUID-Magnetometer abgestimmt war. Aufgrund der reduzierten Sensitivität betrug der Anteil der Linienbreite, der durch das Rauschen des Detektorsignals verursacht wird, in dieser Messung $\Delta E_{\text{FWHM}} = 16\text{ eV}$. Dieser Wert kann, wie oben beschrieben, aus der Analyse der verrauschten Ruhesignale des Detektors gewonnen werden.

Zudem trat in der hier diskutierten Messung ein Problem mit der Temperaturstabilisierung der Experimentierplattform des Entmagnetisierungskryostaten auf. Aufgrund eines elektrischen Kurzschlusses an der Magnetspule konnte die Arbeitstemperatur nur bis auf $\delta T \simeq 0,3\text{ mK}$ konstant gehalten werden. Dies hatte einen zusätzlichen Beitrag zur Linienbreite zur Folge, der proportional zur detektierten Energie ist. Über die Temperaturabhängigkeit der Sensitivität kann für die Größe dieses Beitrags der Wert $\Delta E_{\text{FWHM}}/E \simeq 1,4\%$ berechnet werden.

Das auf diese Weise gemessene Spektrum der eingebetteten ^{55}Fe -Quelle ist in Abbildung

7.32 dargestellt. Die Energieskala des Spektrums wurde dabei logarithmisch dargestellt. Deutlich zu erkennen sind die erwarteten Linien bei 6539 eV und bei 769 eV, die dem Einfang eines K- bzw. L-Elektrons entsprechen. Auch bei der Energie der M-Elektronen ist eine Linie im Spektrum zu erkennen (grau schattiert). Allerdings sitzt diese Linie auf einem breit verteilten Untergrund, dessen Intensität zu niedrigen Energien anwächst, und der im Bereich der M-Linie nicht mehr vernachlässigbar ist. Der Untergrund wird vermutlich durch die natürliche Radioaktivität der Materialien in der Umgebung des Detektors und der Wände des Gebäudes, und durch mehrfach gestreute Höhenstrahlung erzeugt. Dabei erzeugte Photonen könnten im Silizium-Substrat des Detektors absorbiert werden, und so als Ereignisse im Spektrum auftreten.

In Abbildung 7.32 ist für jede der Linien auch die erwartete relative Intensität vermerkt (nach [Leb02]). Eine Analyse der Anzahl der Ereignisse in den Linien des Spektrums zeigt, dass alle drei hier gemessenen Intensitäten im Rahmen der statistischen Genauigkeit mit den erwarteten Werten übereinstimmen. Im Fall der K-Linie beträgt die relative Abweichung nur 1,1 %. Dieses überaus gute Ergebnis bedeutet, dass die Abmessung des Röntgenabsorbers tatsächlich die Absorption von nahezu allen Ereignissen gewährleistet.

Zusammenfassend können wir an dieser Stelle sagen, dass der hier diskutierte Detektor-Prototyp sowohl die Anforderungen an die Quanteneffizienz als auch die Anforderungen an die Energieauflösung erfüllt, die für den Einsatz in der Metrologie wünschenswert sind. Das in Abbildung 7.32 dargestellte Spektrum entspricht der ersten Messung, in der alle Photonen und Auger-Elektronen der Elektron-Einfang-Prozesse aus der K-, L- und M-Schale in einer einzigen Messung und mit einer Quanteneffizienz von nahezu 100 % nachgewiesen werden konnten.

8. Zusammenfassung

In der vorliegenden Arbeit wurde die Entwicklung von magnetischen Mikrokalorimetern für die hochauflösende Röntgenspektroskopie diskutiert. Die behandelten Detektoren bestehen aus einem metallischen Röntgenabsorber aus hochreinem Gold und einem paramagnetischen Temperatursensor aus einer verdünnten Legierung von Gold und dem Seltenerdmetall Erbium.

Die Diskussion der physikalischen Eigenschaften des Sensormaterials Au:Er ergab, dass es sich aufgrund der vergleichsweise kurzen Elektron-Spin-Relaxationszeit auszeichnet zum Bau von Detektoren mit hohen Zählraten eignet. Die Wechselwirkung zwischen den Leitungselektronen und den lokalisierten magnetischen Momenten hat jedoch auch eine indirekte Austauschwechselwirkung zwischen den magnetischen Momenten, die sogenannte RKKY-Wechselwirkung, zur Folge. Diese bewirkt im Temperaturbereich zwischen 10 mK und 100 mK, der für den Betrieb der Detektoren besonders interessant ist, eine Reduktion der Magnetisierung und einen zusätzlichen Beitrag zur Wärmekapazität. Beide Effekte führen zu einer Reduktion der Signalamplitude des Detektors.

Durch den Vergleich von gemessenen Magnetisierungs- und Wärmekapazitätsdaten mit Simulationsrechnungen konnte gezeigt werden, dass sich der Einfluss der RKKY-Wechselwirkung sowohl qualitativ, als auch quantitativ gut beschreiben lässt. In den theoretischen Berechnungen wurde jeweils für eine große Zahl von Konfigurationen statistisch verteilter Spins ein Hamilton-Operator in Matrix-Form aufgestellt und numerisch diagonalisiert. Hierbei wurde neben der RKKY-Wechselwirkung auch die magnetische Dipol-Dipol-Wechselwirkung berücksichtigt. Die gemessenen thermodynamischen Eigenschaften lassen sich gut beschreiben, wenn man annimmt, dass die RKKY-Wechselwirkung im Material Au:Er etwa fünfmal stärker als die magnetische Dipol-Dipol-Wechselwirkung ist ($\alpha = 5$).

Unter den natürlichen Isotopen des Elements Erbium kommt dem Isotop ^{167}Er eine Sonderrolle zu, da es einen Kernspin von $I = 7/2$ trägt, und aufgrund der verhältnismäßig großen Hyperfeinaufspaltung einen zusätzlichen Beitrag zur Wärmekapazität bewirkt. Dieser ist bei einer Temperatur von etwa 55 mK maximal und kann bis zu 30 % der gesamten spezifischen Wärme von Au:Er betragen. Da diese zusätzliche Wärmekapazität zu einer Reduktion des Detektorsignals führt, wurde in der vorliegenden Arbeit ausschließlich Erbium verwendet, das nahezu frei vom Isotop ^{167}Er war.

Da die thermodynamischen Eigenschaften des Materials Au:Er gut durch theoretische Berechnungen beschrieben werden können, wurden diese Berechnungen in Kapitel 4 in einer Optimierungsrechnung genutzt, um diejenigen Sensorparameter zu berechnen, die zu einer maximalen Signalgröße des Detektors führen. Dabei wurde davon ausgegangen, dass der paramagnetische Sensor zylinderförmig ist und sich in der kreisförmigen Leiterschleife eines SQUID-Magnetometers befindet. Für die Arbeitstemperatur des Detektors wurde angenommen, dass sie durch die zur Verfügung stehenden Kühltechniken gegeben ist. Auch

die Wärmekapazität des Röntgenabsorbers wurde als feste Randbedingung angesehen, da sie im Allgemeinen durch die Arbeitstemperatur, die von der Anwendung geforderten Abmessungen des Absorbers und das gewählte Material festgelegt ist. Als Ergebnis liefert die vorgestellte Optimierungsrechnung die optimalen Werte für die Abmessungen des zylindrischen Temperatursensors, die Konzentration der magnetischen Momente und das Magnetfeld, in dem der Sensor betrieben werden sollte. Die optimalen Sensorparameter lassen sich in guter Näherung durch einfache analytische Ausdrücke der vorgegebenen Parameter beschreiben. Die entsprechenden Funktionen wurden in Tabelle 4.1 zusammengefasst. Als Beispiel wurde ein Detektor vorgestellt, der bei einer Temperatur von 50 mK betrieben wird und einen $250 \mu\text{m} \times 250 \mu\text{m}$ großen Röntgenabsorber aus $5 \mu\text{m}$ dickem Gold besitzt. Verwendet man für den Temperatursensor das Material Au:Er ($g = 6,8$ und $\alpha = 5$), so erhält man für die optimalen Sensorparameter einen Durchmesser von $52 \mu\text{m}$, eine Höhe von $6,5 \mu\text{m}$, eine Erbium-Konzentration von etwa 900 ppm und ein Magnetfeld von 10 mT. Die Sensitivität dieses optimierten Detektors liegt bei $\delta\Phi/\delta E = 0,12 \Phi_0/\text{keV}$.

Die Betrachtung alternativer Sensorgeometrien ergab, dass die Sensitivität, d.h. die Signalgröße pro Energieeintrag, durchaus gesteigert werden kann, wenn man von dem betrachteten einzelnen, zylindrischen Sensor zu einer großen Zahl kleinerer zylinderförmiger oder streifenförmiger Sensoren mit meanderförmigen Detektionsspulen übergeht. Das Signal zu Rauschen Verhältnis kann auf diese Weise zwar meist nur geringfügig vergrößert werden, da auch die Induktivität der Detektionsspule auf diese Weise vergrößert wird. Je nach Kopplungsschema wird dabei entweder das Flussrauschen des SQUIDs vergrößert, oder die Kopplung des magnetischen Flusses zum SQUID entsprechend reduziert. Allerdings ermöglichen diese Geometrien auf natürliche Weise den Bau von sehr großflächigen dünnen Sensoren, die insbesondere für die Detektion von Teichen mit großem Wechselwirkungsquerschnitt in Materie, wie Elektronen, α -Teilchen oder energiereiche Ionen und Atome sehr interessant sind.

Die Diskussion der Energieauflösung magnetischer Kalorimeter wurde anhand eines idealisierten thermischen Modells des Detektors durchgeführt. Die Überlegungen zeigten, dass die Energieauflösung eines kalorimetrischen Detektors durch thermodynamische Energiefluktuationen zwischen den Subsystemen des Detektors und dem Wärmereservoir auf fundamentale Weise limitiert ist. Für das oben genannte Beispiel liegt dieses intrinsische Auflösungslimit bei $\Delta E_{\text{FWHM}} = 1,4 \text{ eV}$. Die zusätzlichen Beiträge des magnetischen Johnson-Rauschens und des SQUID-Magnetometers zur Energieauflösung können im Allgemeinen gering gehalten werden. Im obigen Beispiel degradieren diese Beiträge die intrinsische Auflösung um etwa 20 %.

Ein Großteil der Diskussion der Entwicklung hochauflösender Detektoren beschäftigte sich mit dem Aufbau eines zweistufigen SQUID-Magnetometers mit direkt gekoppelter Ausleseelektronik. Unter anderem wurde dabei gezeigt, dass es mit dieser Anordnung möglich ist, einen rauscharmen Betrieb des Magnetometer bei gleichzeitig hoher Signal-Folge-Geschwindigkeit zu gewährleisten. Desweiteren kann die Leistungsdissipation des primären SQUIDs in dieser Anordnung verhältnismäßig klein gehalten werden. Auf diese Weise kann auch die Oberfläche des Silizium-Substrates des SQUIDs auf Temperaturen von

wenigen zehn Millikelvin gekühlt werden, und der paramagnetische Sensor des Detektors direkt auf der Chip-Oberfläche betrieben werden.

In der vorliegenden Arbeit wurden zwei Detektor-Prototypen vorgestellt, die bereits überaus gut an die jeweiligen Anwendungen angepasst sind. Der erste dieser Detektoren wurde für die hochauflösende Röntgenspektroskopie entwickelt. Er besitzt zwei Röntgenabsorber aus Gold mit einer aktiven Fläche von jeweils $150\ \mu\text{m} \times 150\ \mu\text{m}$. Die Absorber sind $5\ \mu\text{m}$ dick und gewährleisten somit eine Quanteneffizienz von mehr als 98 % für Röntgenenergien bis 6 keV. Durch eine Analyse der Linienform der K_α -Linie von ^{55}Mn ($E_{K_\alpha} = 5,9\ \text{keV}$) konnte gezeigt werden, dass der Detektor eine Energieauflösung von $\Delta E_{\text{FWHM}} = 3,4 \pm 0,1\ \text{eV}$ besitzt. Das spektrale Auflösungsvermögen des hier diskutierten Detektors beträgt somit $E/\Delta E_{\text{FWHM}} = 1740$. Dies ist das größte Auflösungsvermögen, das bisher mit einem energiedispersiven Detektor für den Nachweis niederenergetischer Röntgenquanten erzielt werden konnte. Übertroffen wird dieser Wert derzeit nur von (wellenlängendispersiven) Kristallspektrometern. Anhand der Linienform der K_β -Linie konnte gezeigt werden, dass das Auflösungsvermögen des Detektors bereits ausreicht, um aus dem Röntgenspektrum einer Substanz auf den chemischen Bindungszustand der darin vorhandenen Elemente zu schließen.

Mit dem zweiten der hier diskutierten Detektor-Prototypen konnte gezeigt werden, dass das kalorimetrische Nachweisprinzip magnetischer Mikrokalorimeter sehr gut für die Messung von absoluten Aktivitäten in der Metrologie geeignet ist. Der Detektor besaß einen Absorber aus Gold, in dessen Innern ein radioaktives ^{55}Fe -Präparat eingebettet war. Die Abmessungen des Detektor wurden so gewählt, dass sämtliche Photonen und Elektronen, die bei den Elektron-Einfang-Prozessen von ^{55}Fe emittiert werden, mit einer Quanteneffizienz von mehr als 99,9 % absorbiert wurden. Die drei erwarteten Linien, die dem Einfang eines Elektrons aus der K-, der L-, bzw. der M-Schale entsprechen, erstrecken sich über einen verhältnismäßig großen Energiebereich (84 eV bis 6539 eV). Im gemessenen Energiespektrum konnte jede der drei Linien eindeutig identifiziert werden. Die relativen Intensitäten der Linien stimmten innerhalb der statistischen Unsicherheiten mit den erwarteten Werten überein. Dieses Ergebnis macht magnetische Kalorimeter für den Einsatz in der Metrologie sehr attraktiv, da es zu ersten Mal möglich war, sowohl energiereiche Elektronen als auch Photonen eines verhältnismäßig großen Energiebereichs mit einer Quanteneffizienz von nahezu 100 % nachzuweisen. Um dieselbe Information mit konventionellen Detektoren zu erhalten, müssten eine Reihe von Messungen mit unterschiedlichen Detektionsprinzipien durchgeführt werden, wobei sich die Messfehler gemäß des Fehlerfortpflanzungsgesetzes aufsummieren.

Mit der demonstrierten Energieauflösung von $\Delta E_{\text{FWHM}} = 3,4\ \text{eV}$ und der hohen Quanteneffizienz der vorgestellten Detektoren stellen magnetische Mikrokalorimeter bereits heute eine interessante Alternative zu konventionellen Detektoren dar. Die Analyse der erzielten Energieauflösung zeigte allerdings auch, dass der Größte Teil der Linienbreite des Detektor-Prototypen vom weißen Rauschen des SQUID-Magnetometers verursacht wurde. Da dieses zum Beispiel durch den Einsatz eines Series-SQUID-Arrays als sekundäres SQUID um etwa eine Größenordnung gesenkt werden kann, ist zu erwarten, dass die Wei-

terentwicklung der Detektoren in naher Zukunft zu Energieauflösungen unter 2 eV führen wird.

Neben der Steigerung des Auflösungsvermögens und der Zählrate wird auch die optimale Anpassung des Detektors an die Anforderungen konkreter Anwendungen ein zentraler Punkt der weiteren Entwicklungen sein. In der vorliegenden Arbeit wurden nur zwei dieser Anwendungen diskutiert: die hochauflösende Röntgenspektroskopie und die Messungen der absoluten Aktivität in der Metrologie. Neben diesen bietet sich das vorgestellte Detektionsprinzip für eine große Zahl von Experimenten und Anwendungen an. Zu diesen zählen die Untersuchung der Eigenschaften von Neutrinos in Experimenten zur β -Endpunktspektroskopie und die Messung des neutrinolosen Doppel- β -Zerfalls. Auch der Nachweis von neutralen Atomen mit kinetischen Energien bis 100 keV, die als Reaktionsprodukte in Experimenten an Ionen-Speicherringen anfallen, ist mit konventionellen Detektoren heute nicht möglich. In Zusammenarbeit mit der Gruppe von Herrn Prof. Schwalm vom MPI für Kernphysik in Heidelberg wird bereits an einem Detektor-Prototypen gearbeitet, der diese Lücke konventioneller Nachweismethoden schließt. Insbesondere für die Röntgenastronomie wäre auch die Entwicklung einer hochauflösenden 'Röntgen-Kamera', die aus mehreren tausend Röntgensensoren besteht, sehr hilfreich. Entsprechende Satelliten-Mission der NASA und der ESA sind bereits geplant. Die technischen Fragen, die die Auslesung einer so großen Zahl von Detektoren nach sich zieht, konnten bisher jedoch noch nicht vollständig gelöst werden.

Ungeachtet dieser technischen Herausforderungen scheint jedoch bereits heute sicher, dass magnetische Mikrokalorimeter in den nächsten Jahren auf den unterschiedlichsten Gebieten zu unserem Verständnis der Natur beitragen werden.

Literaturverzeichnis

- [Abr70] A. Abragam und B. Bleaney, *Electron Paramagnetic Resonance of Transition Metals*, Claredon Press, Oxford, 1970.
- [Ale99] A. Alessandrello et al., High Energy Resolution Bolometers for Nuclear Physics and X-Ray Spectroscopy, *Phys. Rev. Lett.*, **82**(3), 513–515, 1999.
- [Ara66] S. Arajcs und G.R. Dunmyre, *J. Less Com. Met.*, **10**, 220, 1966.
- [Ban93] S. R. Bandler et al., Metallic Magnetic Bolometers for Particle Detection, *J. Low Temp. Phys.*, **93**(3/4), 709–714, 1993.
- [Ban97] S.R. Bandler, C. Enss, J. Schönefeld, G.M. Seidel, L. Siebert, und R. Weis, Development of a magnetic microcalorimeter, *Proc. of the 7th Intern. Workshop on Low Temp. Detectors (LTD-7), München (27.7.-2.8.1997)*, 145–148, 1997.
- [Bon02] J. Bonn, B. Bornschein, L. Bornschein, B. Flatt, C.H. Kraus, E.W. Otten, J.P. Schall, T.H. Thümmeler, und C.H. Weinheimer, Limits on Neutrino Masses from Tritium β Decay, *Nucl. Phys. B (Proc. Suppl.)*, **110**, 395–397, 2002.
- [Büh88] M. Bühler und E. Umlauf, A Magnetic Bolometer for Single-Particle Detection, *Europhys. Lett.*, **5**(4), 297–301, 1988.
- [Büh93] M. Bühler et al., Measurement of Spin-Lattice Relaxation Times at Millikelvin Temperatures, *Europhys. Lett.*, **23**(7), 529–534, 1993.
- [Cla76] J. Clarke, W.M. Goubau, und M.B. Ketchen, Tunnel Junction dc SQUID: Fabrication, Operation, and Performance, *J. Low Temp. Phys.*, **25**, 99–144, 1976.
- [Cla96] J. Clarke, SQUID Fundamentals, in H. Weinstock (Ed.), *SQUID Sensors: Fundamentals, Fabrication and Applications*, 1–62, Kluwer Academic Publishers, Niederlande, 1996.
- [Cla03] J. Clarke und A.I. Braginski, *The Squid Handbook: Fundamentals and Technology*, John Wiley & Sons, 2003.
- [Dav73] D. Davidov et al., Crystalline-Field Effects in the Electron-Spin Resonance of Rare Earths in the Noble Metals, *Phys. Rev. B*, **8**(8), 3563–3568, 1973.
- [Deu95] M. Deutsch, G. Hölzer, J. Härtwig, J. Wolf, M. Fritsch, und E. Förster, K_{α} and K_{β} x-ray emission spectra of copper, *Phys. Rev. A*, **51**(1), 283–95, 1995.

- [Dru90] D. Drung, R. Cantor, M. Peters, H. J. Scheer, und H. Koch, Low-noise high-speed dc superconducting quantum interference device magnetometer with simplified feedback electronics, *App. Phys. Lett.*, **4**(57), 406–408, 1990.
- [Dru96] D. Drung, Advanced SQUID read-out electronics, in H. Weinstock (Ed.), *SQUID Sensors: Fundamentals, Fabrication and Applications*, 63–116, Kluwer Academic Publishers, Niederlande, 1996.
- [Dru03] D. Drung und M. Mück, in J. Clarke und A.I. Braginski (Ed.), *The Squid Handbook: Fundamentals and Technology*, John Wiley & Sons, 2003.
- [Edw68] L.R. Edwards und S. Levgold, *J. Appl. Phys.*, **39**, 3250, 1968.
- [Ens00a] C. Enss, A. Fleischmann, K. Horst, J. Schönefeld, J. Sollner, J.S. Adams, Y.H. Huang, Y.H. Kim, und G.M. Seidel, Metallic Magnetic Calorimeters for Particle Detection, *J. Low Temp. Phys.*, **121**(3/4), 137–176, 2000.
- [Ens00b] Christian Enss und Siegfried Hunklinger, *Tieftemperaturphysik*, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, New York, 2000.
- [Fle98] A. Fleischmann, *Hochauflösendes magnetisches Kalorimeter zur Detektion von einzelnen Röntgenquanten*, Diplomarbeit, Institut für Angewandte Physik, Universität Heidelberg, 1998.
- [Giu03] A. Giuliani et al., CUORE: low-temperature techniques for neutrino physics, *Physica B*, **329**(2), 1570–1573, 2003.
- [Gör01] T. Görlach, *Untersuchung paramagnetischer Legierungen für magnetische Tieftemperatur-Kalorimeter*, Diplomarbeit, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2001.
- [Gus95] A.A. Gusev, I.M. Reznik, und V.A. Tsitrin, Electron-electron interaction and antishielding constants of core shells of atoms, *Journal of Physics: Condensed Matter*, **7**(25), 4855, 1995.
- [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.
- [Her00] T. Herrmannsdörfer, R. König, und C. Enss, Properties of Er-doped Au at ultralow temperatures, *Physica B*, **284-288**, 1698–1699, 2000.
- [Höl97] G. Hölzer et al., $K_{\alpha 1,2}$ and $K_{\beta 1,2}$ x-ray emission lines of the 3d transition metals, *Phys. Rev. A*, **56**(6), 4554–4568, 1997.
- [Hor99] K. Horst, *Hochauflösende Röntgenspektroskopie mit kalorimetrischen Tieftemperaturdetektoren basierend auf ^{166}Er -dotiertem Gold*, Diplomarbeit, Institut für Angewandte Physik, Universität Heidelberg, 1999.

-
- [Irw95] K.D. Irwin, An application of electrothermal feedback for high resolution cryogenic particle detection, *Appl. Phys. Lett.*, **66**(15), 1998–2000, 1995.
- [Irw96] K.D. Irwin, G.C. Hilton, D.A. Wollman, und J.M. Martinis, X-ray detection using a superconducting transition-edge sensor microcalorimeter with electrothermal feedback, *Appl. Phys. Lett.*, **69**, 1945–1947, 1996.
- [Irw00] K.D. Irwin, G.C. Hilton, J.M. Martinis, S. Deiker, N. Bergren, S.W. Nam, D.A. Rudman, und D.A. Wollman, A Mo-Cu superconducting transition-edge microcalorimeter with 4.5 eV energy resolution at 6 keV, *Nucl. Instrum. Meth. A*, **444**, 184–187, 2000.
- [Jos62a] B.D. Josephson, *Phys. Lett.*, **1**, 251, 1962.
- [Jos62b] B.D. Josephson, *Adv. Phys.*, **14**, 419, 1962.
- [Kap63] T. A. Kaplan und D. H. Lyons, *Phys. Rev.*, **129**(5), 2072, 1963.
- [Kas56] T. Kasuya, A Theory of Metallic Ferro- and Antiferromagnetism on Zener’s Model, *Progr. Theor. Phys.*, **16**(1), 45, 1956.
- [Kim03] Y.H. Kim, *Thermodynamics of low temperature detectors*, Dissertation, Brown University, Providence, R.I., USA, 2003.
- [Kit93] C. Kittel, *Einführung in die Festkörperphysik*, R. Oldenbourg Verlag, München, 1993.
- [Koc96] R.H. Koch, J.R. Rozen, P. Wötgens, T. Picunko, W.J. Goss, D. Gambrel, D. Lathrop, R. Wiegert, und D. Overway, *Rev. Sci. Instr.*, **67**, 2968, 1996.
- [Kon96] K. Konzelmann, G. Majer, und A. Seeger, *Z. Naturforsch. A*, **51**, 506, 1996.
- [Leb02] E. Leblanc, P. de Marcillac, N. Coron, J. Leblanc, M. Loidl, J.F. Metge, und J. Bouchard, A new absolute methode for the standardization of radionuclides emitting low-energy radiation, *Applied Radiation and Isotopes*, **56**, 245–251, 2002.
- [Liu61] S.H. Liu, *Phys. Rev.*, **121**(2), 451, 1961.
- [Lon50] F. London, *Superfluids*, Wiley, New York, 1950.
- [Lou74] O. V. Lounasmaa, *Experimental Principles and Methods Below 1 K*, Academic Press, London, 1974.
- [LTD02] *Ninth International Workshop on Low Temperature Detectors, Juli 2001, Madison WI, USA*, 2002.
- [LTD04] *Tenth International Workshop on Low Temperature Detectors, Juli 2003, Genua, Italien*, 2004.

- [McC84] D. McCammon, S.H. Moseley, J.C. Mather, und R.F. Mushotzky, Experimental tests of a single-photon calorimeter for x-ray spectroscopy, *J. Appl. Phys.*, **56**(5), 1263, 1984.
- [Min80] M. Minier und C. Minier, *Phys. Rev. B*, **22**, 21, 1980.
- [Mos84] S.H. Moseley, J.C. Mather, und D. McCammon, Thermal detectors as x-ray spectrometers, *J. Appl. Phys.*, **56**(5), 1257, 1984.
- [Ouk02] N. Oukhanski, R. Stolz, V. Zakosarenko, und H.-G. Meyer, Low-drift broadband directly coupled dc SQUID read-out electronics, *Physica C*, **368**, 166–170, 2002.
- [Per76] B. Perscheid, H. Büchsler, und M. Forker, Mössbauer study of the hyperfine interaction of ^{197}Au in gadolinium, *Phys. Rev. B*, **14**(10), 4803, 1976.
- [Pob96] F. Pobell, *Matter and Methods at Low Temperatures*, Springer-Verlag, Heidelberg, 1996.
- [Pre92] W.H. Press, S.A. Teukolsky, W.T. Vetterling, und B.P. Flannery, *Numerical Recipes in C*, Cambridge University Press, 1992.
- [Rön96] W.C. Röntgen, *Science*, **3**, 227 und 726, 1896.
- [Rud54] M. A. Ruderman und C. Kittel, Indirect Exchange Coupling of Nuclear Magnetic Moments by Conduction Electrons, *Phys. Rev.*, **96**(1), 99–102, 1954.
- [Sad96] B. Sadoulet, *Proc. of the 21st Intern. Conf. on Low Temp. Phys., Prag*, 3361, 1996.
- [Sak03] K. Sakurai und H. Eba, Chemical characterization using relative intensity of manganese $K_{\beta'}$ and $K_{\beta 5}$ X-ray fluorescence, *Nucl. Instrum. Meth. B*, **199**, 391–395, 2003.
- [Sch67] H.W. Schnopper, *Phys. Rev.*, **154**, 118, 1967.
- [Sch00] J. Schönefeld, *Entwicklung eines mikrostrukturierten magnetischen Tieftemperatur-Kalorimeters zum hochauflösenden Nachweis von einzelnen Röntgenquanten*, Dissertation, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2000.
- [Seg98] E. Segre, *Die großen Physiker und ihre Entdeckungen*, Piper-Verlag, 1998.
- [Sie97] L. Siebert, *Detektion einzelner Röntgenquanten mit einem neuartigen magnetischen Kalorimeter*, Diplomarbeit, Institut für Angewandte Physik, Universität Heidelberg, 1997.
- [Sim35] F. Simon, *Nature*, **135**, 763, 1935.

-
- [Sis02] N. Sisti et al., Status of the Milano neutrino mass experiment with arrays of AgReO_4 micro calorimeters, *Nucl. Phys. B - Proc. Suppl.*, **110**, 369–371, 2002.
- [Sjö75] M. E. Sjöstrand und G. Seidel, Hyperfine resonance properties of Er^{3+} in Au, *Phys. Rev. B*, **11**(9), 3292–3297, 1975.
- [Sol99] J. Sollner, *Entwicklung eines schnellen, hochauflösenden Tieftemperaturkalorimeters zur Teilchendetektion basierend auf einem SQUID-Magnetometer*, Diplomarbeit, Institut für Angewandte Physik, Universität Heidelberg, 1999.
- [Sta93] K.G. Stawiasz und M.B. Ketchen, Noise Measurements of Series SQUID Arrays, *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, **3**(1), 1808, 1993.
- [Tao71] L.J. Tao et al., Hyperfine Splitting of Er and Yb Resonance in Au: A Separation between the Atomic and Covalent Contributions to the Exchange Integral, *Phys. Rev. B*, **4**(1), 5–9, 1971.
- [Tes77] C.D. Tesche und J. Clarke, DC SQUID: noise and optimization, *J. Low Temp. Phys.*, **29**(3-4), 301, 1977.
- [Tsu76] K. Tsutsumi, H. Nakamori, und K. Ichikawa, X-ray Mn M_β emission spectra of manganese oxides and manganates, *Phys. Rev. B*, **13**(2), 929–933, 1976.
- [Twe96] D. Twerenbold, Cryogenic Particle Detection, *Rep. Prog. Phys.*, **59**, 1996.
- [Var84] T. Varpula und T. Poutanen, Magnetic field fluctuations arising from thermal motion of electric charge in conductors, *J. Appl. Phys.*, **55**(11), 4015–4021, 1984.
- [Wal77] L.R. Walker und R.E. Walstedt, *Phys. Rev. Lett.*, **38**, 514, 1977.
- [Wal80] L.R. Walker und R.E. Walstedt, *Phys. Rev. B.*, **22**, 3816, 1980.
- [Wea82] R.C. Weast, *CRC Handbook of Chemistry and Physics*, CRC Press, Inc., 1981-1982.
- [Wei96] H. Weinstock, *SQUID Sensors: Fundamentals, Fabrication and Applications*, Kluwer Academic Publishers, Niederlande, 1996.
- [Wel87] F.C. Wellstood, C. Urbina, und J. Clarke, Low-frequency noise in dc superconducting quantum interference devices below 1 K, *Appl. Phys. Lett.*, **50**(12), 772–774, 1987.
- [Wel91] R.P. Welty und J.M. Martinis, A Series Array of DC SQUIDS, *IEEE Transactions on Magnetics*, **27**(2), 2924, 1991.
- [Wil69] G. Williams und L.L. Hirst, Crystal-Field Effects in Solid Solutions of Rare Earths in Noble Metals, *Phys. Rev.*, **185**(2), 407–414, 1969.

- [Wol97] A.D. Wollman, D.K. Irwin, C.G. Hilton, L.L. Dulcie, E.D. Newbury, und M.J. Martinis, High-resolution, energy-dispersive microcalorimeter spectrometer for X-ray microanalysis, *Journal of Microscopy*, **188**(3), 196–223, 1997.
- [Wol00] D.A. Wollman, S.W. Nam, D.E. Newbury, G.C. Hilton, K.D. Irwin, N.F. Bergren, S. Deiker, D.A. Rudman, und J.M. Martinis, Superconducting transition-edge-microcalorimeter X-ray spectrometer with 2 eV energy resolution at 1.5 keV, *Nucl. Instrum. Meth. A*, **444**(1-2), 145–150, 2000.
- [Yos57] K. Yosida, Magnetic Properties of Cu-Mn Alloys, *Phys. Rev.*, **106**(5), 893–898, 1957.
- [Zak03] V. Zakosarenko und R. Stolz, IPHT-Jena, Private Mitteilung, 2003.

Danksagung

Meinen Dank möchte ich all denen aussprechen, die in vielfältiger Weise zum Zustandekommen und Gelingen dieser Dissertation beigetragen haben. Hierbei gilt besonderer Dank

- Herrn Priv. Doz. Dr. Christian Enss für die interessante Themenstellung und seine kompetente Betreuung. Seine Begeisterung für die Physik, das experimentelle Geschick und sein 'Blick für's Wesentliche' sind an vielen Stellen in diese Arbeit eingegangen.
- Herrn Prof. Dr. Siegfried Hunklinger für die vielen Anregungen und die freundliche Aufnahme in seine Arbeitsgruppe.
- Herrn Prof. Dr. George M. Seidel (Brown University, USA) für die Aufnahme in seine Arbeitsgruppe und die Betreuung während meines einjährigen Aufenthaltes an der Brown University in Providence, Rhode Island, USA. In der Zeit in seinem Labor und in den unzähligen Gesprächen mit ihm entstanden viele der hier niedergeschriebenen Gedanken.
- Jan Schönefeld für seine Freundschaft und die großartige Zusammenarbeit: 'Was sich zankt, das liebt sich' wurde wahr, und so bildeten die unzähligen Diskussionen, ob im Labor, auf der Treppe vor dem Haus, oder nach seiner Promotion im Cafe Botanik eine der wichtigsten Säulen dieser Arbeit.
- Jürgen Sollner für seine Freundschaft und die wunderbare Zeit im Labor und am Fels.
- Meinen Kollegen an der Detektor-Front Talgat Daniyarov, Hannes Rotzinger, Markus Linck und Andreas Burck für die wunderschöne Zeit im Labor und ihren unermüdlichen Einsatz bei der Weiterentwicklung unserer Detektoren. Viel Glück!
- Robert Weis für die vielen Antworten auf Hard- und Software-Fragen und die stets prompte Unterstützung bei allen Problemen im Labor. Seine Freude an der Physik und an der Diskussion ihrer, und seine wunderbare Gabe sich schnell in neue Fragen hinein zu denken, waren entscheidend für diese Arbeit, und für mich persönlich von unschätzbarem Wert.
- Den Mitarbeitern des Lehrstuhls Experimentelle Physik V der Universität Bayreuth, Prof. Dr. Hans Braun, Thomas Herrmannsdörfer und Reinhard König, für die Bereitstellung der technischen Einrichtungen zur Herstellung der Au:Er-Legierungen und deren Charakterisierung.

- Peter Heyl (Heidelberg Instruments) für die präzise Laserbearbeitung der Au:Er-Sensoren.
- Den Mitarbeitern der mechanischen Werkstatt für die Präzision bei der Fertigung der feinmechanischen Kleinteile. Dieter Hertel und Roger Gradt danke ich für den quasi nie abreißenden Strom von verflüssigten Gasen.
- Der Elektronik-Werkstatt, bestehend aus Peter Frauenfeld und Rolf Weidner, für die vielen und selbstverständlich immer rauscharmen Schaltungen für die Detektoren und Kryostate. Nicht zu vergessen: Das buchstäblich alles in den Schatten stellende 'Batterien-Grab'.
- Meinen ehemaligen Mitstreitern und 'Bolos' Lars Siebert, Matthias Böe, Jürgen Sollner, Karsten Horst und Tobias Görlach für die Starthilfe und die Mühe beim Aufbau der 'großen' Detektoren. Ihr Einsatz war der Schlüssel zum Verständnis der thermodynamischen Eigenschaften des Sensormaterials Au:Er.
- Meinen 'amerikanischen' Laborkollegen Joe Adams, Simon Bandler, Yong H. Kim und Yun H. Homb für die großartige Zeit im 'Lab' oder auch im 'Paragon' oder bei einer Runde Pool-Billard in 'the GCB'.
- Dem Laborteam, bestehend aus Jürgen Meier, Markus Heitz, Marc Layer, Astrid Netsch, Andreas Reiser, Peter Nagel, Hsin-Yi Hao, Maximilian Brandt, Michael Neumann und Xuwei Cao für den Spaß im Labor und die grandiose Zusammenarbeit beim Umzug unserer Labors in den Neubau des Kirchhoff-Instituts.

Zuletzt, aber sicher nicht an letzter Stelle gebührt besonderer Dank meiner Familie, die mich während meines Studiums auf alle nur erdenkliche Weisen unterstützt hat.

Danke!