

Magnetische Mikrokalorimeter für die Aktivitätsstandardisierung und die Messung fundamentaler Zerfallsdaten in der Radionuklidmetrologie

Zur Erlangung des akademischen Grades eines
DOKTORS DER INGENIEURWISSENSCHAFTEN (Dr.-Ing.)

von der KIT-Fakultät für Elektrotechnik und Informationstechnik des
Karlsruher Instituts für Technologie (KIT)
angenommene

DISSERTATION

von

M.Sc. Michael Müller
geboren in Schwetzingen

Tag der mündlichen Prüfung: 25.03.2025

Hauptreferent: Prof. Dr. rer. nat. Sebastian Kempf
Korreferent: Prof. Dr. rer. nat. Christian Enss

Erklärung

Ich versichere wahrheitsgemäß, die Arbeit selbstständig verfasst, alle benutzten Hilfsmittel vollständig und genau angegeben und alles kenntlich gemacht zu haben, was aus Arbeiten anderer unverändert oder mit Abänderungen entnommen wurde sowie die Satzung des KIT zur Sicherung guter wissenschaftlicher Praxis in der jeweils gültigen Fassung beachtet zu haben.

Karlsruhe, den 15.04.2025

Michael Müller

Kurzfassung

Die Kernaufgabe der Radionuklidmetrologie ist die Messung und Bereitstellung sogenannter primärer Aktivitätsstandards sowie fundamentaler Zerfallsdaten von Radionukliden, um deren Anwendung in Bereichen der Medizin, der Industrie und der Wissenschaft zu ermöglichen. Häufig sind diese Daten jedoch durch die Messunsicherheiten konventioneller Messverfahren nur unzureichend genau bekannt und erschweren daher die Anwendung. Aus diesem Grund war das Ziel des EMPIR Projekts *PrimA-LTD* die Etablierung eines neuartigen Messverfahrens für die Radionuklidmetrologie, das auf der Verwendung magnetischer Mikrokalorimeter basiert. Magnetische Mikrokalorimeter sind energiedispersive Einzelteilchendetektoren, deren Detektionsprinzip auf der Erwärmung eines Teilchenabsorbers infolge eines Energieeintrags und der präzisen Messung dieser Temperaturänderung mit einem Temperatursensor beruht. Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurden in diesem Kontext zwei Detektortypen entwickelt. Der erste Typ ist ein für viele Messungen wiederverwendbarer Detektor für die primäre Aktivitätsstandardisierung verschiedener Radionuklide, die in externe und thermisch über Golddrähte an den Temperatursensor angekoppelte Teilchenabsorber integriert sind. Die quantitative Untersuchung der Performanz und der Eignung dieser Detektoren erfolgte mit einer in dieser Arbeit entwickelten Simulationsmethode, die auf der Zustandsraumdarstellung basiert. Der zweite Detektortyp wurde speziell für die Messung des Elektroneneinfang-Spektrums einer in den Teilchenabsorber aus Gold integrierten ^{55}Fe -Quelle optimiert. Die ^{55}Fe -Quelle wurde hierbei mittels Ionen-Implantation deponiert und zwischen zwei Absorberhälften eingeschlossen, die erstmals beide mit einem eigens dafür entwickelten Mikrofunktionsprozess vollständig durch galvanische Abscheidung hochreinen Goldes hergestellt wurden. Im Rahmen dieser Arbeit durchgeführte Messungen zeigen eine hervorragende intrinsische Energieauflösung dieses Detektortyps von $\Delta E_{\text{FWHM}} = 1,14 \text{ eV}$ bei einer Energie von $E = 0 \text{ eV}$, die die Messung des Zerfallsspektrums von ^{55}Fe mit nie dagewesener Präzision ermöglicht.

Abstract

The core task of radionuclide metrology is the measurement and distribution of primary activity standards as well as fundamental decay data of radionuclides to enable their application in medicine, industry, and science. Often, these data are inadequately known due to the measurement uncertainties of conventional measurement techniques, hindering their application. For this reason, the goal of the EMPIR project *PrimA-LTD* was to establish a novel measurement technique for radionuclide metrology based on the use of magnetic microcalorimeters. Magnetic microcalorimeters are energy-dispersive single-particle detectors, whose detection principle relies on the heating of a particle absorber resulting from an energy input, and the precise measurement of this temperature change with a temperature sensor. In this context, two types of detectors have been developed in the scope of this work. The first type is a detector that can be reused for many primary activity standardization measurements of various radionuclides, which are incorporated into external particle absorbers that are thermally coupled to the temperature sensor via gold wires. The quantitative investigation of the performance and suitability of these detectors was carried out using a simulation method developed in this work, which is based on the state-space representation. The second detector type was specifically optimized for measuring the electron-capture spectrum of an ^{55}Fe source integrated into the gold particle absorber. The ^{55}Fe source was deposited using ion implantation and enclosed by two absorber halves, both of which were for the first time fully made of high-purity electroplated gold using a specially developed microfabrication process. Measurements conducted as part of this work show an outstanding intrinsic energy resolution of this detector type of $\Delta E_{\text{FWHM}} = 1.14 \text{ eV}$ at an energy of $E = 0 \text{ eV}$, enabling the measurement of the decay spectrum of ^{55}Fe with unprecedented precision.

Inhaltsverzeichnis

1 Einleitung	1
2 Theoretische Grundlagen	7
2.1 Grundprinzip magnetischer Mikrokalorimeter	7
2.2 Der Teilchenabsorber	9
2.3 Thermodynamische Eigenschaften des paramagnetischen Sensormaterials	11
2.4 Detektorgeometrie und Detektorauslese	14
2.4.1 Magnetfeldverteilung im Temperatursensor	15
2.4.2 Berechnung der Signalgröße	17
2.4.3 Signalkopplung zum Sensor-SQUID	18
2.5 Energieauflösung eines magnetischen Mikrokalorimeters	19
2.5.1 Optimales Filter	19
2.5.2 Signalform	20
2.5.3 Thermodynamische Energiefuktuationen und fundamentale Energieauflösung	22
2.5.4 Weitere Rauschbeiträge	24
3 Experimentelle Methoden	27
3.1 Mikrostrukturierung mit UV-Fotolithografie	27
3.2 SQUID-basierte Auslese magnetischer Mikrokalorimeter	29
3.2.1 Funktionsweise eines dc-SQUIDs	29
3.2.2 Linearisierung des Ausgangssignals	31
3.2.3 Zweistufiger SQUID-Aufbau	32
3.3 Kryogener Messaufbau für den Betrieb magnetischer Mikrokalorimeter .	34
3.4 Datenaufnahme und -analyse	37
4 Mikrofabrikation freistehender Absorber mit integrierter radioaktiver Quelle	41
4.1 Überblick über die Prozessführung	42
4.2 Optimierung der Fotolackprozesse	45
4.3 Galvanikaufbau für die Deposition hochreiner Goldschichten	48
4.4 Eigenschaften galvanisch abgeschiedener Goldschichten	50
4.5 Freistellen der Absorberstrukturen	53
4.6 Demonstration des gesamten Fabrikationsprozesses	54
5 Simulation von Signalform, Detektorrauschen und Energieauflösung	57
5.1 Grundlagen der Zustandsraumdarstellung	57
5.2 Demonstration an einem klassischen magnetischen Mikrokalorimeter .	59
5.2.1 Aufstellen der Zustandsraumdarstellung	59

5.2.2	Simulation von Signalform und intrinsischem Detektorrauschen	61
5.2.3	Vorhersage der erreichbaren Energieauflösung	64
5.2.4	Energieauflösung eines realen Detektorsystems	65
5.3	Simulation eines Hydra-Detektors	67
6	Wiederverwendbare Detektoren für die Aktivitätsstandardisierung	71
6.1	Optimierung und Entwurf der Detektoren	73
6.2	Mikrofabrikation	78
6.3	Validierung der Detektorfunktion	81
6.3.1	Experimenteller Aufbau	81
6.3.2	Magnetisierung des paramagnetischen Temperatursensors	83
6.3.3	Signalform	85
6.4	Simulation von Signalform und Energieauflösung	87
6.4.1	Aufstellen der Zustandsraumdarstellung	87
6.4.2	Simulation der Signalform	90
6.4.3	Detektorperformanz in Abhängigkeit der Absorberankopplung	92
6.5	Wiederverwendbarer Detektor mit geringer Wärmekapazität	94
7	Detektorarray für die Messung des Elektroneneinfang-Spektrums von ^{55}Fe	99
7.1	Optimierung und Entwurf des Detektorarrays	100
7.2	Mikrofabrikation	106
7.3	Experimenteller Aufbau	114
7.4	Charakterisierung der Detektoreigenschaften	115
7.4.1	Induktivität der Detektionsspulen	115
7.4.2	Magnetisierung des paramagnetischen Temperatursensors	118
7.4.3	Pulshöhe	119
7.4.4	Signalform	122
7.5	Messung des Elektroneneinfang-Spektrums von ^{55}Fe	127
7.5.1	Intrinsische Energieauflösung	129
7.5.2	Temperaturkorrektur und Energiekalibration	130
7.5.3	Gemessenes Elektroneneinfang-Spektrum eines einzelnen Messkanals	137
7.5.4	Elektroneneinfang-Spektrum von ^{55}Fe mit hoher Statistik	142
8	Zusammenfassung und Ausblick	147
Abkürzungen und Symbole		151
Abbildungsverzeichnis		155
Tabellenverzeichnis		159
Literaturverzeichnis		161

1 Einleitung

Seit der Entdeckung der Radioaktivität wurden mehrere tausend natürlich vorkommende und künstlich erzeugte Radionuklide identifiziert. Einige dieser Radionuklide kommen heutzutage in vielfältigen Einsatzbereichen der Medizin, der Industrie und der Wissenschaft zur Anwendung. Eine Vielzahl dieser Anwendungen erfordert die präzise Kenntnis über die Eigenschaften der jeweils verwendeten Radionuklide und der zugrunde liegenden Zerfallsprozesse. Zum Beispiel muss die Aktivität einer radioaktiven Probe in nuklearmedizinischen Behandlungen genauestens bekannt sein, um die präzise Berechnung der verabreichten Strahlendosis zu ermöglichen [Jud22]. Die Aktivität und die Halbwertszeit langlebiger Radionuklide spielen zudem eine zentrale Rolle für die Erforschung der Entstehungsgeschichte des Sonnensystems und für die nukleare Abfallwirtschaft [War09, Jö12]. Andere Bereiche nutzen Radionuklide und ihre Eigenschaften als Tracer für die Untersuchung biologischer, hydrologischer und meteorologischer Prozessabläufe [Pom22]. Die exakte Charakterisierung der Eigenschaften von Radionukliden ist daher von zentraler Bedeutung für ihre effektive Nutzung in allen Anwendungsbereichen. Dieses Wissen bildet zudem die Basis für Grundlagenforschung und gewährleistet die Sicherheit von Mensch und Umwelt im Umgang mit ionisierender Strahlung.

Als Grundlage für alle gegenwärtigen und zukünftigen Anwendungen von Radionukliden beschäftigt sich die Radionuklidmetrologie mit der Etablierung eines standardisierten Systems für die hochpräzise Messung von Radioaktivität. Von zentraler Wichtigkeit ist dabei die Rückführbarkeit der gemessenen Eigenschaften auf die Basiseinheiten des SI-Einheitensystems. Eine der Kernaufgaben der Radionuklidmetrologie ist die Bereitstellung sogenannter primärer Aktivitätsstandards für alle relevanten Radionuklide, die zur Kalibration und Rückführung der Probenaktivitäten in den erläuterten Anwendungen genutzt werden und für die Realisierung der SI-Einheit Becquerel (Bq) dienen [Deb96]. Die primäre Aktivitätsstandardisierung bezeichnet hierbei die Bestimmung der Aktivität mit einem Messverfahren, das eine äußerst geringe und klar definierte Messunsicherheit besitzt und für das keine Kalibration anhand der bekannten Aktivität eines anderen Radionuklids erforderlich ist [Qui97].

Heutzutage sind in der Radionuklidmetrologie eine ganze Reihe verschiedener Messverfahren etabliert. Welche davon als primäre Messverfahren gelten, hängt dabei von dem zu messenden Radionuklid, dessen Zerfallsschema und der Art der emittierten Strahlung ab [Pom07]. Insbesondere sogenannte Flüssigszintillationszähler (Liquid Scintillation Counter, LSC) werden routinemäßig für die Aktivitätsstandardisierung verwendet [Bro07, dC16]. Bei diesem Messverfahren wird eine definierte Menge eines Radionuklids in einen Flüssigszintillator gegeben und die Anzahl der Lichtblitze in einem definierten Zeitraum unter Verwendung von Photomultipliern (PMTs) gezählt. Die Zählrausbeute

beziehungsweise die Detektionseffizienz dieses Verfahrens kann aufgrund von sogenanntem chemischen und optischen Quenching, abhängig von dem gemessenen Radionuklid, deutlich unter 100 % liegen. Die Berechnung der Detektionseffizienz des Zählers und damit die Bestimmung der Probenaktivität setzt daher die Bekanntheit von fundamentalen Zerfallsdaten des Radionuklids voraus [Kos15b]. Die verwendeten Zerfallsdaten basieren dabei häufig auf existierenden Messungen und Modellrechnungen, die selbst eine große Unsicherheit aufweisen. Gleichzeitig besitzen Flüssigszintillationszähler einen hohen Energieschwellwert, wodurch Zerfallsereignisse geringer Energie nicht in die Zählung eingehen. All diese Umstände führen, abhängig von dem zu standardisierenden Radionuklid, zu hohen relativen Unsicherheiten im Bereich von mehreren Promille [Kos15a], die die oben genannten Anwendungen zunehmend einschränken. Ein Bestreben in der Radionuklidmetrologie ist daher seit einigen Jahren die Verringerung der Messunsicherheiten durch die Entwicklung fortgeschrittenen und neuartiger Messverfahren für die primäre Aktivitätsstandardisierung.

Aus diesem Grund zielte das durch das Europäische Metrologieprogramm für Innovation und Forschung (EMPIR¹) geförderte Projekt *PrimA-LTD – Towards new primary activity standardisation methods based on low-temperature detectors* darauf ab, ein neuartiges Messverfahren für die primäre Aktivitätsstandardisierung basierend auf magnetischen Mikrokalorimetern zu etablieren. Magnetische Mikrokalorimeter sind kryogene Detektoren für die energiedispersive Messung einzelner Teilchen [Fle05, Kem18]. Ihr Funktionsprinzip basiert auf der Messung der Temperaturerhöhung eines Teilchenabsorbers infolge eines Energieeintrags. In magnetischen Mikrokalorimetern wird für die Temperaturmessung ein paramagnetischer Temperatursensor eingesetzt, der sich in einem schwachen magnetischen Hintergrundfeld befindet und dessen Magnetisierung sich bei einer Temperaturerhöhung verringert. Die Auslese dieser Magnetisierungsänderung geschieht hochpräzise unter Verwendung eines supraleitenden Quanteninterferenzdetektors (SQUID). Wegen ihrer hervorragenden Energieauflösung von $\Delta E_{FWHM} = 1,25 \text{ eV}$ für Energien bis $E = 10 \text{ keV}$ [Kra24, Tos24], ihrer schnellen Signalanstiegszeit im Bereich von unter 100 ns [Rot08, Fle09] sowie ihrer hohen Linearität [Kem18] sind magnetische Mikrokalorimeter ein etabliertes Messinstrument in einer Vielzahl von Anwendungen. Beispiele sind etwa die Röntgenspektroskopie [Hen15, Sik20, Pfä22, Her24], die Röntgenastronomie [Ste19, Dev22], die direkte Bestimmung der Neutrinomasse [Gas17], die Suche nach dunkler Materie [vK23], die Suche nach dem neutrinolesen doppelten Betazerfall [Ale19, Kim23] und viele weitere.

Das große Potential in der Verwendung magnetischer Mikrokalorimeter für die Radionuklidmetrologie besteht darin, dass mit der Integration des zu messenden Radionuklids in den Teilchenabsorber eine vom Zerfallsschema des Radionuklids unabhängige Detektionseffizienz von praktisch 100 % erreicht werden kann. In Kombination mit der herausragenden Energieauflösung magnetischer Mikrokalorimeter und dem damit verbundenen äußerst geringen Energieschwellwert erlaubt dies die absolute Aktivitätsmessung mit beispiellosem Präzision. Aus den Gesprächen mit den am Projekt PrimA-LTD

¹ Abkürzung für European Metrology Programme for Innovation and Research

beteiligten Radionuklidmetrologen geht etwa hervor, dass so gemessene primäre Aktivitätsstandards um bis zu einem Faktor 5 verringerte Messunsicherheiten besitzen können. Außerdem kann das exzellente Auflösungsvermögen magnetischer Mikrokalorimeter dazu genutzt werden, die Genauigkeit fundamentaler Zerfallsdaten signifikant zu verbessern. Dies wurde in vorangegangenen Messungen bereits eindrucksvoll demonstriert [Kos22, Rod23, Pau24]. Diese Daten erlauben wiederum verbesserte Unsicherheiten bei der oben beschriebenen Aktivitätsstandardisierung unter Verwendung von Flüssigszintillationszählern und helfen, erweiterte theoretische Modelle der Zerfallsprozesse experimentell zu überprüfen.

Im Rahmen des Projekts PrimA-LTD wurden zwei Hauptziele verfolgt. Zum einen sollte die primäre Aktivitätsstandardisierung unter Verwendung von magnetischen Mikrokalorimetern an dem α -Emitter ^{241}Am , an dem β -Emitter ^{129}I und an dem über Elektroneneinfang zerfallenden Radionuklid ^{55}Fe demonstriert und die Ergebnisse mit etablierten Messverfahren verglichen werden. Zum anderen sollte an dem Radionuklid ^{55}Fe das große Potential magnetischer Mikrokalorimeter für die Bestimmung fundamentaler Zerfallsdaten gezeigt werden. Letzteres betraf insbesondere die hochpräzise Messung der relativen Elektroneneinfang-Wahrscheinlichkeiten sowie die Untersuchung von Shake-Up- und Shake-Off-Effekten und den Vergleich zu erweiterten Modellen.

In der vorliegenden Arbeit wurden die im Rahmen des Projekts PrimA-LTD genutzten magnetischen Mikrokalorimeter entwickelt, hergestellt, charakterisiert und den Projektpartnern für Experimente zur Verfügung gestellt. Die oben genannten Projektziele bedingen den Bedarf an zwei grundsätzlichen Detektortypen. Der erste Detektortyp dient für die Vermessung radioaktiver Quellen, die in separat von der Detektorherstellung präparierte, externe Teilchenabsorber integriert sind. Derartige Detektoren wurden bereits in früheren Projekten [Loi18a, Loi20, Ran20, Kau22] für die präzise Messung von β -Spektren sowie für die Bestimmung von Elektroneneinfang-Wahrscheinlichkeiten und Röntgenemissionsintensitäten verschiedener Radionuklide verwendet. Für die thermische Ankopplung eines präparierten Absorbers an den Temperatursensor wurde in diesen Fällen eine permanente Klebeverbindung genutzt, die den jeweils verwendeten Detektor nur für dieses eine Experiment nutzbar machte. Da die einmalige Verwendung eines Detektors im Kontext einer routinemäßig durchzuführenden Aktivitätsstandardisierung einen erheblichen Kosten- und Ressourcenaufwand bedeuten würde, wurde im Rahmen von PrimA-LTD angestrebt, wiederverwendbare Detektoren zu entwickeln, die für eine Vielzahl von Experimenten beziehungsweise Messungen eingesetzt werden können. Hierfür sollte der externe Teilchenabsorber über Golddrähte mit dem Temperatursensor des Detektors verbunden werden, die nach Abschluss eines Experiments auf einfache Weise wieder entfernt werden können. Aus theoretischen Überlegungen heraus erwartet man für ein derartiges Konzept allerdings, dass die thermische Ankopplung des Absorbers über Golddrähte die Energieauflösung eines magnetischen Mikrokalorimeters verschlechtert. Aus diesem Grund wurde im Rahmen dieser Arbeit nicht nur der eigentliche Detektor, sondern auch eine Simulationsmethode entwickelt, die eine quantitative Vorhersage der Performanz eines derartigen Detektors in Abhängigkeit der Eigenschaften und der Anzahl der verwendeten Golddrähte ermöglicht.

Bei dem zweiten in dieser Arbeit entwickelten Detektortyp handelt es sich um ein Detektorarray für die höchstauflösende Messung des Elektroneneinfang-Spektrums von ^{55}Fe mit sehr hoher Statistik von mindestens 10^8 Detektionsereignissen. Auch in diesem Fall sollte die ^{55}Fe -Quelle in den Teilchenabsorber des magnetischen Mikrokalorimeters integriert werden. Aus vorangegangenen Experimenten war hierbei jedoch bekannt, dass konventionell in der Radionuklidmetrologie eingesetzte Methoden zur Quellenpräparation systematische Verzerrungen der gemessenen Spektren hervorrufen [Loi04, Loi08, Loi18b]. Aus diesem Grund wurde für die Entwicklung des hier beschriebenen Detektorarrays erstmalig in der Radionuklidmetrologie die Ionen-Implantation für die Quellenpräparation verwendet, von der keinerlei systematischer Einfluss auf das gemessene Spektrum zu erwarten ist. Dafür wurde die ^{55}Fe -Quelle in mikrofabrizierte Teilchenabsorber aus Gold implantiert. Der für diese Teilchenabsorber benötigte Mikrofunktionsprozess wurde im Rahmen dieser Arbeit entwickelt und in den Fertigungsprozess des Detektorarrays integriert.

Diese Arbeit beginnt in Kapitel 2 mit einer Einführung in die theoretischen Grundlagen von magnetischen Mikrokalorimetern. Hierfür wird ihre grundlegende Funktionsweise erläutert und auf die Eigenschaften der verwendeten Materialien für Teilchenabsorber und Temperatursensor eingegangen. Darauf basierend und anhand der in dieser Arbeit verwendeten Detektorgeometrie wird ein Ausdruck für die erwartete Signalgröße hergeleitet. Gemeinsam mit den bekannten Rauschbeiträgen eines magnetischen Mikrokalorimeters kann so eine Abschätzung der erreichbaren Energieauflösung gemacht werden, die für die Optimierung der Geometrie und der Betriebsparameter der in dieser Arbeit entwickelten Detektoren genutzt wurde.

In Kapitel 3 werden die Methoden für die experimentellen Teile dieser Arbeit beschrieben. Dies beinhaltet die grundlegenden Mikrofunktionsprozesse, die bei der Herstellung der Detektoren verwendet wurden. Außerdem wird ein Überblick über die Funktionsweise der SQUID-basierten Detektorauslese gegeben und die Betriebsweise der Detektoren in dem Millikelvin-Kryostaten der Arbeitsgruppe erläutert. Dazu zählt die Beschreibung eines in dieser Arbeit entwickelten und hergestellten Messaufbaus für den Betrieb magnetischer Mikrokalorimeter. Schließlich wird beschrieben, wie Detektorsignale digitalisiert und bis hin zu einem Energiespektrum ausgewertet wurden.

Kapitel 4 befasst sich mit dem im Rahmen dieser Arbeit entwickelten Mikrofunktionsprozess für Teilchenabsorber aus Gold mit integrierter radioaktiver Quelle. Hierbei wird zunächst ein Überblick über den entwickelten Prozessablauf gegeben und im Anschluss die Optimierung der verwendeten Lithografie- und Galvanikprozesse beschrieben. Dies beinhaltet neben der Beschreibung eines dafür entwickelten und hergestellten Galvanikaufbaus für die Deposition hochreiner Goldschichten auch Messdaten zur Charakterisierung der deponierten Schichten, die eine hervorragende Schichtqualität zeigten.

In Kapitel 5 wird die in dieser Arbeit entwickelte Methode für die Simulation der Signalform, des Rauschens und der Energieauflösung komplexer und nicht analytisch beschreibbarer Detektorkonfigurationen beschrieben. Hierbei wird zunächst eine Einführung in die dafür verwendete Zustandsraumdarstellung gegeben. Anschließend erfolgt

die Erläuterung sowie die Demonstration der Simulationsmethode anhand der in der Literatur ausführlich beschriebenen klassischen Detektorkonfiguration. Die Methodik wird dann unter Verwendung der bekannten theoretischen Beschreibung eines solchen Detektors validiert. Anhand der Simulation eines Hydra-Detektors wird außerdem ein Ausblick auf die Anwendungsmöglichkeiten der Simulationsmethode gegeben.

Kapitel 6 behandelt die Entwicklung der oben erwähnten wiederverwendbaren Detektoren. Hierbei werden zunächst Optimierungsrechnungen für die Auslegung der Geometrien und der Betriebsparameter der Detektoren erläutert. Im Anschluss folgt die Beschreibung der technischen Zeichnungen der Detektoren, die basierend auf den optimierten Detektorgeometrien und dem Aspekt der Wiederverwendbarkeit angefertigt wurden. Daran knüpft eine Zusammenfassung der im Rahmen von PrimA-LTD extern durchgeführten Mikrofabrikation der Detektoren an. Nachfolgend wird eine im Rahmen dieser Arbeit durchgeführte Messung zur Validierung der Detektorfunktionalität im wiederverwendbaren Betriebsmodus beschrieben, die Messergebnisse diskutiert und die gemessenen Signalformen analysiert. Diese Messdaten dienen im Anschluss zur Validierung der oben erläuterten Simulationsmethode. Auf Basis dessen folgt die Beschreibung mehrerer Simulationen für die quantitative Abschätzung der Detektorperformance in Abhängigkeit der verwendeten Golddrähte zwischen Teilchenabsorber und Temperatursensor, anhand derer die Eignung wiederverwendbarer Detektoren für die Aktivitätsstandardisierung diskutiert wird.

Kapitel 7 enthält die Beschreibung des entwickelten Detektorarrays für die hochauflösende Messung des Elektroneneinfang-Spektrums von ^{55}Fe . Auch hier wird zunächst die anhand von Optimierungsrechnungen angefertigte technische Zeichnung beschrieben. Daran anknüpfend wird die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführte Mikrofabrikation erläutert, bei der der oben erwähnte Fabrikationsprozess für Teilchenabsorber mit Ionen-implantierte ^{55}Fe -Quelle eingesetzt wurde. Es folgt eine umfassende Charakterisierung des Detektorarrays hinsichtlich der magnetischen Eigenschaften des Temperatursensors, der Höhe und Form der gemessenen Detektorsignale sowie ein jeweiliger Vergleich zur theoretisch berechneten Vorhersage. Zudem wird ein mit hoher Statistik gemessenes Elektroneneinfang-Spektrum von ^{55}Fe beschrieben und analysiert. Hierbei stellte sich insbesondere heraus, dass das entwickelte Detektorarray eine hervorragende intrinsische Energieauflösung besitzt und diese gemeinsam mit der exzellenten Qualität der implantierten ^{55}Fe -Quelle eine beispiellose Messgenauigkeit ermöglicht, die bisher experimentell unbeobachtete Merkmale des Spektrums sichtbar macht.

2 Theoretische Grundlagen

Dieses Kapitel gibt einen Überblick über die Funktionsweise magnetischer Mikrokalorimeter, um die Grundlagen für die im Rahmen dieser Arbeit entwickelten und charakterisierten Detektoren sowie Modellierungs- und Analysemethoden zu legen. Dies beinhaltet die Beschreibung der verwendeten Absorber- und Sensormaterialien und ihrer physikalischen Eigenschaften, der Detektorkonfiguration in modernen Systemen sowie der theoretischen Modellierung des Detektorverhaltens zur Vorhersage der Detektorperformance. Dies erlaubt im weiteren Verlauf der Arbeit die Optimierung der Detektoren für die in der Einleitung genannten Anwendungen.

2.1 Grundprinzip magnetischer Mikrokalorimeter

Das Detektionsprinzip magnetischer Mikrokalorimeter basiert auf dem kalorimetrischen Messprinzip. Gemäß diesem Messprinzip führt ein Energieeintrag in den Detektor zu einer Erhöhung der Detektortemperatur, die mit einem sensitiven Thermometer präzise gemessen wird [Fle05]. Dafür besteht ein magnetisches Mikrokalorimeter aus einem an die jeweilige Anwendung angepassten Teilchenabsorber, der thermisch stark an einen Temperatursensor gekoppelt ist, der wiederum schwach an ein Wärmebad angebunden ist. Der Aufbau eines solchen Detektors sowie ein typisches Detektorsignal sind schematisch in Abbildung 2.1 dargestellt. Deponiert ein einfallendes Teilchen die Energie δE im Teilchenabsorber, so erwärmt sich der Detektor in linearer Näherung um die Temperatur

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

wobei $C_{\text{tot}} = C_a + C_s$ die Gesamtwärmekapazität des Detektors bezeichnet, die sich aus der Wärmekapazität C_a des Teilchenabsorbers und der Wärmekapazität C_s des Temperatursensors zusammensetzt. Im Anschluss relaxiert die Temperatur des Detektors zurück auf seine ursprüngliche Betriebstemperatur T_0 . Dabei ist die Zeitkonstante $\tau_1 \simeq C_{\text{tot}}/G$ des Abfalls durch den Wärmeleitwert G zum Wärmebad sowie die Gesamtwärmekapazität des Detektors gegeben. Ist die hervorgerufene Temperaturänderung deutlich kleiner als die Betriebstemperatur des Detektors, das heißt $\delta T \ll T_0$, so bleiben alle Detektoreigenschaften näherungsweise konstant. In diesem Fall lässt sich durch Messung von δT direkt auf die ursprüngliche Teilchenenergie schließen.

Magnetische Mikrokalorimeter nutzen als Temperatursensor ein paramagnetisches Sensormaterial, für das ein Wirtsmetall wie Gold (Au) oder Silber (Ag) mit einigen hundert ppm des Seltenerdmetalls Erbium dotiert wird. Durch Platzierung in einem schwachen äußeren Magnetfeld kommt es in einem solchen Material zu einer Ausrichtung der magnetischen Momente und es entsteht eine temperaturabhängige Magnetisierung $M(T)$.

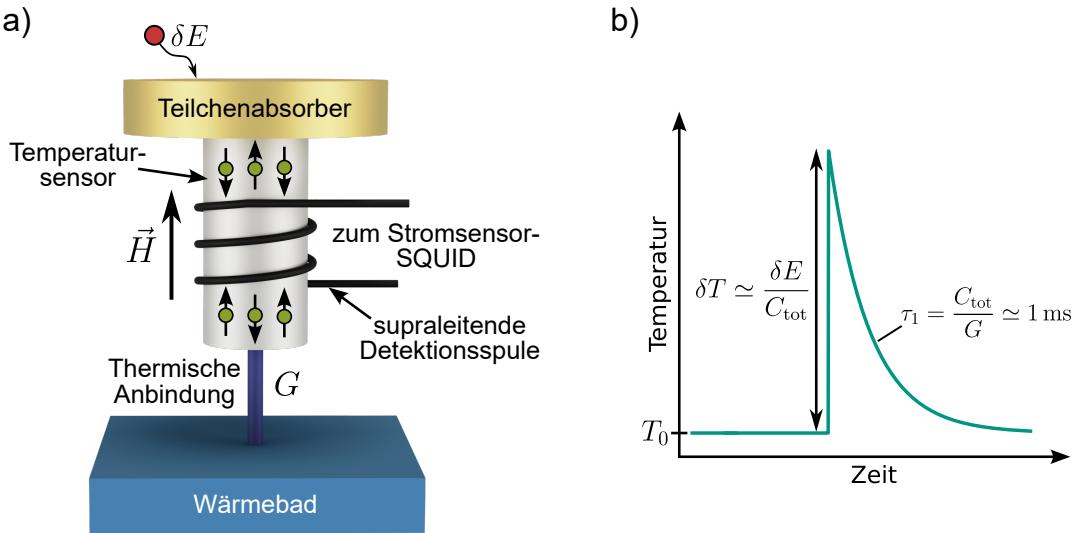


Abbildung 2.1: a) Schematischer Aufbau eines magnetischen Mikrokalorimeters. Die Energie δE eines einfallenden Teilchens, die im Teilchenabsorber deponiert wird, führt zu einer Temperaturerhöhung des Detektors. Ein paramagnetischer Temperatursensor, der sich in einem schwachen äußeren Magnetfeld befindet, ändert hierdurch seine Magnetisierung, deren Änderung präzise mittels einer supraleitenden Detektionsspule sowie einem Stromsensor-SQUID ausgelesen werden kann. b) Darstellung eines typischen Temperaturverlaufs des Detektors nach Teilchenabsorption. Dieser zeichnet sich durch einen sehr schnellen Signalanstieg und einen anschließenden Signalabfall aus, dessen Zeitkonstante τ_1 durch den Wärmeleitwert G der thermischen Anbindung an das Wärmebad sowie die Wärmekapazität des Detektors gegeben ist.

Das Material reagiert dadurch auf eine Temperaturänderung mit der Magnetisierungsänderung

$$\delta M \simeq \frac{\partial M}{\partial T} \delta T. \quad (2.2)$$

Wie in Abbildung 2.1 dargestellt, ist der Temperatursensor von einer supraleitenden Detektionsspule umgeben. Die Magnetisierungsänderung des Sensors infolge einer Teilchenabsorption führt nach den Gleichungen 2.1 und 2.2 zu einer magnetischen Flussänderung

$$\delta \Phi \propto \frac{\partial M}{\partial T} \frac{\delta E}{C_a + C_s} \quad (2.3)$$

in der Detektionsspule. Die Umwandlung dieser Flussänderung in ein messbares elektrisches Signal geschieht hochpräzise unter Verwendung von mit Gleichstrom betriebenen supraleitenden Quanteninterferenzdetektoren (dc-SQUIDs). Ein Überblick über deren Funktionsweise wird in Abschnitt 3.2 gegeben.

Magnetische Mikrokalorimeter werden typischerweise bei Temperaturen $T < 100 \text{ mK}$ betrieben. Zum einen verringert sich so die Detektorwärmekapazität deutlich, da der phononische Anteil der Wärmekapazitäten von Teilchenabsorber und Temperatursensor vernachlässigbar gering wird und sich der elektronische Anteil stark reduziert. Zum

anderen nimmt, wie in Abschnitt 2.3 beschrieben wird, die Magnetisierungsänderung $\partial M / \partial T$ des Sensormaterials zu tiefen Temperaturen hin zu. Beide Effekte führen nach Gleichung 2.3 zu einer Erhöhung der gemessenen Signalgröße. Da sich ebenfalls das thermische Rauschen reduziert, ermöglichen tiefe Betriebstemperaturen eine verbesserte Detektorperformanz.

Die Wahl eines metallischen Wirtsmaterials für das Sensormaterial bedeutet zwar eine zusätzliche elektronische Wärmekapazität, wird aber damit gerechtfertigt, dass aufgrund der Wechselwirkung zwischen den Elektronen und den magnetischen Momenten sehr schnelle Anstiegszeiten des Detektorsignals unter 100 ns erzielt werden können [Ban93, Fle09, Kem18]. Messungen mit dielektrischen Wirtsmaterialien ergaben hingegen aufgrund der schwachen Wechselwirkung zwischen Phononen und magnetischen Momenten Signalanstiegszeiten im Bereich einiger 10 bis 100 ms [Bü88, Bü93], die für eine Vielzahl von Anwendungen und Experimenten nicht praktikabel sind. Eine detaillierte Beschreibung der Eigenschaften des in dieser Arbeit verwendeten Sensormaterials wird in Abschnitt 2.3 gegeben.

2.2 Der Teilchenabsorber

Sowohl die thermischen Eigenschaften als auch die Geometrie des Teilchenabsorbers spielen eine entscheidende Rolle für die Performanz magnetischer Mikrokalorimeter. Üblicherweise wird durch das Experiment eine hohe Quanteneffizienz auf einer gewissen aktiven Detektionsfläche gefordert. Gleichzeitig soll der Absorber bei der Betriebstemperatur jedoch eine geringe Wärmekapazität besitzen, um nach Gleichung 2.3 eine möglichst hohe Signalgröße zu erreichen. Außerdem ist, wie weiter unten erläutert wird, eine hohe thermische Leitfähigkeit des Absorbers entscheidend, um eine schnelle Signalanstiegszeit zu erreichen und gleichzeitig Positionsabhängigkeiten zu vermeiden.

Die Wahrscheinlichkeit, dass ein Teilchen im Absorber absorbiert wird, hängt von der Teilchenart, der Teilchenenergie, dem Absorbermaterial sowie der Absorberdicke ab. Im Falle von Röntgen- und Gammastrahlung mit Photonenenergien zwischen einigen 10 eV und mehreren 100 keV erfolgt die Teilchenabsorption primär über den Photoeffekt und den Comptoneffekt [Ber10]. Dabei kann aus dem Lambert-Beerschen Gesetz eine Gleichung für die Absorptionswahrscheinlichkeit P hergeleitet werden:

$$P(d) = 1 - e^{-\mu(\sigma)d}. \quad (2.4)$$

Hier bezeichnet d die Dicke des absorbierenden Materials und $\mu(\sigma)$ den Absorptionskoeffizienten, der vom energieabhängigen Wirkungsquerschnitt σ sowie von der Ordnungszahl ($\sigma \propto Z^5$) des Absorbermaterials abhängt.

Mit der im Experiment benötigten Quanteneffizienz und aktiven Detektionsfläche kann lediglich über die Wahl des Absorbermaterials die Wärmekapazität C_{tot} des Detektors minimiert und damit gemäß Gleichung 2.1 die Signalgröße maximiert werden. Als intuitive Wahl erscheinen hierbei dielektrische Materialien, da ihre rein phononische

Wärmekapazität bei den Betriebstemperaturen von magnetischen Mikrokalorimetern äußerst gering ist. Bei der Energieabsorption in dielektrischen Absorbern können jedoch Elektron-Loch-Paare entstehen, die an Gitterdefekten gefangen werden und dadurch sehr lange Lebensdauern besitzen können. Dies führt zu einem Signalverlust und als Resultat von Fluktuationen der Lebenszeiten dieser Elektron-Loch-Paare zu einer Verschlechterung der Energieauflösung des Detektors [McC93]. Ebenfalls eine sehr geringe Wärmekapazität besitzen Supraleiter bei Betriebstemperaturen $T < 0,1T_C$. Die Verwendung von Blei- und Zinn-Absorbern ist etabliert [Hor07], wobei jedoch nicht vollständig verstandene Thermalisierungsprozesse zu äußerst langen Signalabfallszeiten in der Größenordnung von einigen 100 ms oder Sekunden führen [Gal00]. Die Zählrate des Detektors wird dadurch entweder massiv eingeschränkt oder die Energieauflösung beeinträchtigt. Die Verwendung eines metallischen Teilchenabsorbers bringt zwar eine vergleichsweise hohe elektronische Wärmekapazität mit sich; fällt die Wahl jedoch auf ein Material mit hoher Ordnungszahl Z , so kann die benötigte Absorberdicke zur Erreichung der geforderten Quanteneffizienz sehr gering gehalten werden. Ein weiterer Vorteil metallischer Absorbermaterialien gegenüber den anderen genannten Optionen ist deren hohe thermische Leitfähigkeit. Diese ermöglicht eine schnelle Thermalisierung des gesamten Absorbervolumens nach Absorption eines Teilchens, bevor Wärme an den Temperatursensor abgegeben wird. So wird eine Abhängigkeit der Detektorsignalform von der Position des Energieeintrags im Absorber verhindert [FF08, Pie12], die andernfalls zu einer Verbreiterung des Energiespektrums und damit zu einer Verschlechterung der Energieauflösung führen kann.

In Rahmen dieser Arbeit wurden Absorber aus Gold verwendet, da Gold eine hohe Ordnungszahl von $Z = 79$ mit sehr hoher thermischer Leitfähigkeit vereint. Zudem ist es chemisch stabil, inert und es existieren eine Reihe etablierter Herstellungsverfahren für mikrostrukturierte Goldschichten. Abhängig von dem verwendeten Verfahren für die Deposition einer Goldschicht unterscheidet sich der Grad an Defekten in der Schicht und damit ihre Qualität. Der Reinheitsgrad einer Schicht lässt sich durch das Restwiderstandsverhältnis

$$\text{RRR} = \frac{R_{300\text{ K}}}{R_{4,2\text{ K}}} \quad (2.5)$$

quantifizieren, das aus dem Verhältnis ihres elektrischen Widerstandes bei Raumtemperatur und bei der Temperatur $T = 4,2\text{ K}$ berechnet wird. Dies ist sinnvoll, da die mittlere freie Weglänge der Leitungselektronen bei Raumtemperatur von der Elektronen-Phononen-Streuung dominiert wird, während sie bei niedrigen Temperaturen allein durch die Streuung an Gitterdefekten wie Korngrenzen und Verunreinigungen bestimmt ist. Nach dem Wiedemann-Franz-Gesetz ist die thermische Leitfähigkeit eines Metalls mit der elektrischen Leitfähigkeit verknüpft. Somit ist ein hohes Restwiderstandsverhältnis ein Indikator für eine hohe thermische Leitfähigkeit bei tiefen Temperaturen [Irw05].

In der frühen Thermalisierungsphase nach Energiedeposition in den Teilchenabsorber kommt es zur Erzeugung athermischer Phononen. Diese können, wie in Abbildung 2.2a) schematisch dargestellt, mit gewisser Wahrscheinlichkeit in das Substrat entweichen, be-

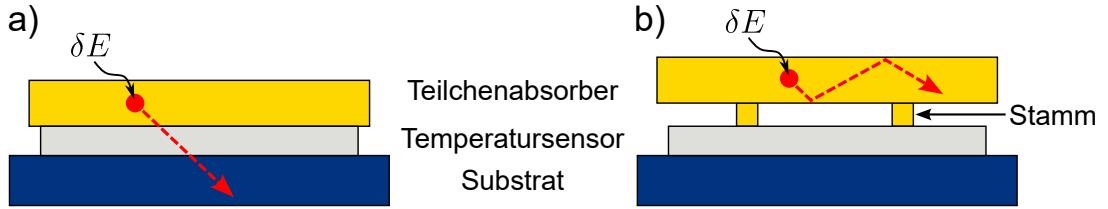


Abbildung 2.2: Schematischer Querschnitt eines magnetischen Mikrokalorimeters, dessen Teilchenabsorber **a)** vollflächig und **b)** über wenige Stämme mit dem Temperatursensor verbunden ist. In roter Farbe ist jeweils schematisch der Pfad eines athermischen Phonons nach Energieabsorption eingezeichnet.

vor sie mit dem Elektronensystem des Detektors thermalisieren [Koz13]. Dieser Energieverlust kann bei jedem Detektionsereignis unterschiedlich hoch ausfallen, was zu einem niederenergetischen Schweif im gemessenen Energiespektrum führt und die Energieauflösung des Detektors verschlechtert. Der Verlust athermischer Phononen kann signifikant verringert werden, indem die Kontaktfläche zwischen Absorber und Sensor auf wenige Prozent reduziert wird. Wie in Abbildung 2.2b) dargestellt, ist der Absorber magnetischer Mikrokalorimeter daher typischerweise nur über wenige Stämme mit dem Sensor verbunden und ansonsten freistehend, wodurch sich die Interaktionslänge der athermischen Phononen zur Thermalisierung deutlich erhöht [Kem18].

2.3 Thermodynamische Eigenschaften des paramagnetischen Sensormaterials

Wie Gleichung 2.3 darlegt, ist es für die Vorhersage der Signalgröße eines magnetischen Mikrokalorimeters notwendig, die Temperaturabhängigkeit der Wärmekapazität $C_s(T)$ sowie der Magnetisierung $M(T)$ berechnen zu können. In diesem Abschnitt soll daher erläutert werden, wie sich die paramagnetischen Eigenschaften der im Rahmen dieser Arbeit verwendeten Sensormaterialien Gold-Erbium (Au:Er) und Silber-Erbium (Ag:Er) beschreiben lassen.

Wie bereits in Abschnitt 2.1 angemerkt, werden für magnetische Mikrokalorimeter üblicherweise verdünnte Legierungen aus Gold oder Silber mit einigen hundert ppm Erbium als Temperatursensor verwendet. Das Erbium nimmt dabei reguläre Gitterplätze in den kubisch-flächenzentrierten Kristallstrukturen der Wirtsmetalle ein [Abr12]. Ein Erbium-Atom gibt bei diesem Vorgang drei Elektronen an das Elektronengas des Wirkskristalls ab und nimmt dadurch die Elektronenkonfiguration

$$\text{Er}^{3+} : [\text{Kr}] 4d^{10} 4f^{11} 5s^2 5p^6 \quad (2.6)$$

an, wobei aus der nicht vollständig gefüllten $4f$ -Schale ein permanentes magnetisches Moment resultiert. Die Elektronen der $4f$ -Schale, welche einen Radius von $r_{4f} \approx 0,3 \text{ \AA}$ besitzt und daher tief im Inneren des Er^{3+} -Ions liegt [Fra76], sind vom Einfluss des Kristallfelds des Wirtsmetalls durch die Elektronen der weiter außen liegenden $5s$ - und

$5p$ -Schalen weitgehend abgeschirmt [Abr12]. Aus diesem Grund können die Hund'schen Regeln für die Berechnung von Gesamtspin \vec{S} , Gesamtbahndrehimpuls \vec{L} und Gesamt-drehimpuls \vec{J} verwendet werden. Für den 16-fach entarteten Grundzustand ergeben sich diese zu $S = 3/2$, $L = 6$ und $J = 15/2$. Das magnetische Moment eines Er^{3+} -Ions ist durch

$$\vec{\mu} = -g_J \mu_B \vec{J} \quad (2.7)$$

gegeben, wobei $\mu_B = 9,27 \cdot 10^{-24} \text{ J/T}$ das Bohr'sche Magneton und g_J den Landé-Faktor bezeichnet. Dieser berechnet sich zu

$$g_J = 1 + \frac{J(J+1) + S(S+1) - L(L+1)}{2J(J+1)} = \frac{6}{5}. \quad (2.8)$$

Das so vorhergesagte magnetische Verhalten des Sensormaterials stimmt für hohe Temperaturen ($T > 100 \text{ K}$) gut mit experimentell bestimmten Daten überein [Wil69]. Für Temperaturen $T < 100 \text{ K}$ kann jedoch der Einfluss des Kristallfelds auf die Er^{3+} -Ionen nicht vernachlässigt werden. Dieses zusätzliche Potential, das auf die Elektronen der $4f$ -Schale wirkt, führt zur Aufhebung der Entartung des Grundzustandes, der in eine Reihe von Multipletts aufgespalten wird. Das energetisch niedrigste der Multipletts ist ein Γ_7 -Doublett, das zum nächsthöher gelegenen Multiplett einen Abstand von etwa $\Delta E/k_B \approx 17 \text{ K}$ im Falle von Au:Er und $\Delta E/k_B \approx 25 \text{ K}$ im Falle von Ag:Er besitzt [Hah92]. Dabei bezeichnet $k_B = 1,38 \cdot 10^{-23} \text{ J/K}$ die Boltzmann-Konstante. Bei niedrigen Temperaturen und schwachen Magnetfeldern kann also angenommen werden, dass nur die Energiezustände dieses Doubletts besetzt werden und das System somit als effektives Zwei-Niveau-System mit dem Quasi-Spin $\tilde{S} = 1/2$ und dem Landé-Faktor $g_{J,\text{Au:Er}} = 6,80$ im Falle von Au:Er und $g_{J,\text{Ag:Er}} = 6,84$ im Falle von Ag:Er beschrieben werden kann [Tao71, Abr12].

Für eine quantitative Berechnung von Wärmekapazität und Magnetisierung des Sensormaterials muss die Wechselwirkung der Er^{3+} -Ionen untereinander berücksichtigt werden. Im Falle von Au:Er und Ag:Er sind dabei zwei Wechselwirkungen relevant [Ens00, Fle00]. Die Dipol-Dipol-Wechselwirkung ist eine direkte Wechselwirkung aufgrund anziehender magnetischer Kräfte zwischen den magnetischen Momenten. Bei der sogenannten Ruderman-Kittel-Kasuya-Yosida-Wechselwirkung (RKKY-Wechselwirkung) interagieren die magnetischen Momente indirekt durch Polarisation des Spins der Leitungselektronen des Wirtsmetalls. Die Stärke beider Wechselwirkungsarten zwischen zwei magnetischen Momenten nimmt kubisch zu deren Abstand ab [Fle05]. Es ist daher möglich, beide Wechselwirkungen direkt miteinander zu vergleichen und einen Wechselwirkungsparameter α einzuführen, der die relative Stärke der RKKY-Wechselwirkung zur Stärke der Dipol-Dipol-Wechselwirkung angibt. Für die Sensormaterialien Au:Er und Ag:Er wurden im Rahmen dieser Arbeit die Wechselwirkungsparameter $\alpha_{\text{Au:Er}} = 5$ [Fle03] beziehungsweise $\alpha_{\text{Ag:Er}} = 12,5$ [Hen17] angenommen.

Die thermodynamischen Eigenschaften der verwendeten Sensormaterialien wurden in der Vergangenheit mithilfe numerischer Methoden berechnet [Sch00, Fle03]. In Abbildung 2.3 sind die so bestimmte spezifische Wärmekapazität $c_s(T)$ und die Magnetisierung $M(T^{-1})$ für Au:Er mit einer Erbium-Konzentration von $x_{\text{Er}} = 300 \text{ ppm}$ für

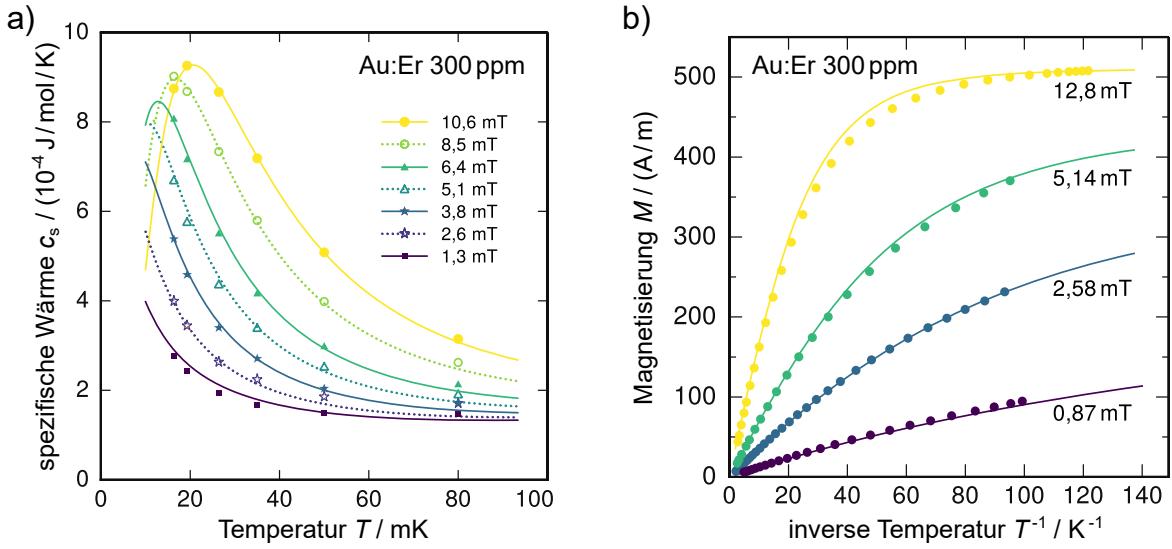


Abbildung 2.3: Gemessene und numerisch berechnete thermodynamische Eigenschaften von Au:Er mit einer Konzentration von $x_{\text{Er}} = 300 \text{ ppm}$ für verschiedene Magnetfeldstärken unter Verwendung des Wechselwirkungsparameters $\alpha = 5$. **a)** Spezifische Wärme als Funktion der Temperatur. **b)** Magnetisierung als Funktion der inversen Temperatur. Die Diagramme wurden aus [Fle05] adaptiert.

verschiedene Magnetfeldstärken und den angenommenen Wechselwirkungsparameter $\alpha = 5$ dargestellt. Die Wärmekapazität zeigt das für ein Zwei-Niveau-System typische Verhalten einer Schottky-Anomalie und weist ein charakteristisches Maximum auf. Für stärkere Magnetfelder nimmt die Höhe dieses Maximums zu und es verschiebt sich zu höheren Temperaturen. Die Magnetisierung folgt bei hohen Temperaturen der $1/T$ -Abhängigkeit des Curie-Gesetzes und geht für tiefe Temperaturen in Sättigung, was der parallelen Ausrichtung aller magnetischen Momente des Sensormaterials zum äußeren Magnetfeld entspricht. Diese Sättigung tritt bei höheren Magnetfeldstärken früher ein. Die zusätzlich in Abbildung 2.3 eingetragenen Messdaten einer Au:Er Probe zeigen eine hervorragende Übereinstimmung zu den beschriebenen Simulationsdaten.

Im Rahmen dieser Arbeit lagen simulierte Magnetfeld- und temperaturabhängige thermodynamische Daten für Au:Er für verschiedene Erbium-Konzentrationen x_{Er} vor. Für die Berechnung der thermodynamischen Daten von Ag:Er wurden die in [Dan05] eingeführten Skalierungsregeln verwendet, mit denen mit dem Wechselwirkungsparameter α simulierte Daten in Daten mit dem Ziel-Wechselwirkungsparameter α' überführt werden. Für den hier verwendeten Fall bedeutet das konkret, dass die spezifische Wärmekapazität sowie die Magnetisierung von Au:Er wie folgt zu Ag:Er umgerechnet werden:

$$c_s(B, T, x_{\text{Er}}, \alpha_{\text{Ag:Er}}) = \frac{\alpha_{\text{Au:Er}}}{\alpha_{\text{Ag:Er}}} \cdot c_s\left(B, T, \frac{\alpha_{\text{Ag:Er}}}{\alpha_{\text{Au:Er}}} x_{\text{Er}}, \alpha_{\text{Au:Er}}\right) \quad (2.9)$$

$$M(B, T, x_{\text{Er}}, \alpha_{\text{Ag:Er}}) = \frac{\alpha_{\text{Au:Er}}}{\alpha_{\text{Ag:Er}}} \cdot M\left(B, T, \frac{\alpha_{\text{Ag:Er}}}{\alpha_{\text{Au:Er}}} x_{\text{Er}}, \alpha_{\text{Au:Er}}\right). \quad (2.10)$$

Grundsätzlich ist die resultierende Signalgröße eines magnetischen Mikrokalorimeters

mit dem Sensormaterial Ag:Er aufgrund der deutlich stärkeren RKKY-Wechselwirkung gegenüber Au:Er verringert. Jedoch trägt Gold im Gegensatz zu Silber ein Kernquadrupolmoment. Wegen der asymmetrischen Ladungsverteilung im Goldkristall in Anwesenheit von Er³⁺-Ionen kommt es zu einer Aufspaltung der Energiezustände, was zu einem zusätzlichen Beitrag zur Gesamtwärmekapazität des Sensors führt. Dabei wird nach einer Energiedeposition im Detektor ein Teil der von den magnetischen Momenten aufgenommenen Energie mit einer Zeitkonstante von mehreren 100 µs an das System der Quadrupolmomente abgegeben [Ens00]. Dies äußert sich in einem der Abfallszeit des Detektors überlagerten, zusätzlichen Signalabfall mit schnellerer Zeitkonstante. Da Silber kein Kernquadrupolmoment besitzt, tritt dieser Effekt unter Verwendung von Ag:Er nicht auf. Aufgrund der somit geringeren Wärmekapazität und langsameren Signalabfallszeit kann mit dem Sensormaterial Ag:Er eine bessere Energieauflösung als unter Verwendung von Au:Er erreicht werden [Kem18].

2.4 Detektorgeometrie und Detektorauslese

Moderne magnetische Mikrokalorimeter werden mithilfe von Methoden der Dünnschichttechnologie mikrofertigt, wodurch zuverlässig höchstintegrierte Detektorsysteme hergestellt werden können. Dabei existiert eine Reihe von etablierten Detektorgeometrien, über die ein Überblick in [Fle05] und [Kem18] gegeben ist. Die in dieser Arbeit verwendete Geometrie ist schematisch in Abbildung 2.4 dargestellt und besteht aus zwei Detektorpixeln, die von einem einzelnen Stromsensor-SQUID ausgelesen werden. Jedes Detektorpixel besitzt einen Temperatursensor, der auf eine mäanderförmige supraleitende Detektionsspule aufgebracht ist, die typischerweise aus einer mikrostrukturierten Dünnschicht aus Niob (Nb) besteht. Auf dem Temperatursensor befindet sich der Teil-

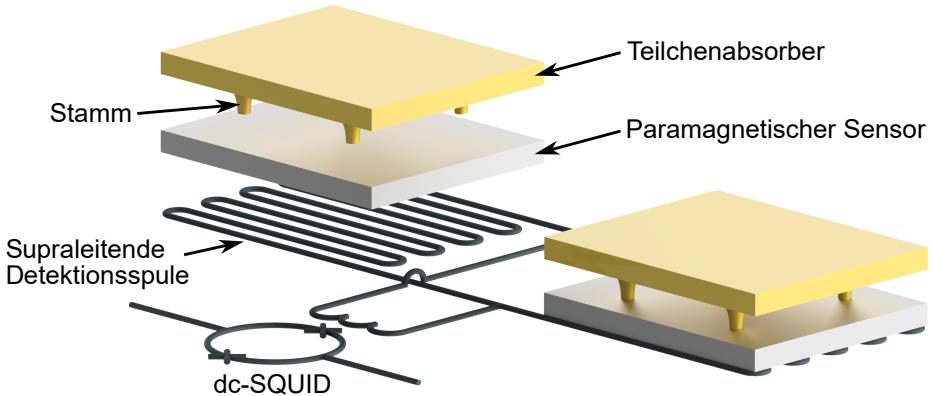


Abbildung 2.4: Schematische Darstellung eines mittels Dünnschichttechnologie mikrofertigten magnetischen Mikrokalorimeters. Die paramagnetischen Temperatursensoren der beiden gradiometrisch angeordneten Pixel sind auf planare supraleitende mäanderförmige Detektionsspulen aufgebracht. Über den Sensoren befinden sich die freistehenden Teilchenabsorber, die über wenige Stämme mit den Temperatursensoren verbunden sind.

chenabsorber freistehend auf wenigen Stämmen. Die Detektionsspulen der beiden Detektorpixel sowie die Einkoppelpule des SQUIDs sind parallel zueinander verschaltet und bilden einen supraleitenden Flusstransformator. Durch die Verwendung eines supraleitenden Flusstransformators lässt sich eine räumliche Trennung von magnetischem Mikrokalorimeter und SQUID erreichen, wodurch thermische Einflüsse durch die Wärmedissipation des SQUIDs auf das magnetische Mikrokalorimeter deutlich reduziert werden können.

Da die beiden Detektionsspulen eine geschlossene supraleitende Schleife bilden, in der magnetische Flusserhaltung gilt, kann ein supraleitender Dauerstrom in den beiden Spulen präpariert werden, durch dessen Magnetfeld die Temperatursensoren magnetisiert werden. Im Rahmen dieser Arbeit wurde die Präparation dieses Dauerstroms unter Verwendung eines Heizer-basierten Dauerstromschalters durchgeführt. Eine detaillierte Beschreibung der Funktionsweise eines solchen Dauerstromschalters ist beispielsweise in [Hen17], [Sch19] und [Gei20] gegeben. Zusammengefasst besteht der Dauerstromschalter aus einem resistiven Heizelement, das beispielsweise aus Gold-Palladium (AuPd) gefertigt ist, mit dem ein kleiner Bereich der supraleitenden Schleife in den normalleitenden Zustand geheizt wird. Da somit die magnetische Flusserhaltung in der Schleife aufgehoben ist, kann über den Strom einer externen Stromquelle durch die Detektionsspulen ein magnetischer Fluss in die Schleife eingebracht werden. Im Anschluss wird der kleine Bereich wieder in den supraleitenden Zustand abgekühlt, wodurch die Schleife erneut vollständig supraleitend wird. Aufgrund der magnetischen Flusserhaltung fließt nach Abschalten der externen Stromquelle ein supraleitender Dauerstrom in der Schleife, der die magnetische Flussänderung aufgrund des Abschaltens der Stromquelle ausgleicht.

Da die Detektionsspulen lediglich auf einer Seite mit Sensormaterial bedeckt sind, beträgt das theoretische Maximum des Füllfaktors in der oben beschriebenen Detektorgeometrie $F \rightarrow 0,5$ [Fle09]. Der Füllfaktor bezeichnet hierbei das Verhältnis aus dem Sensor durchdringenden Magnetfeld und dem erzeugten Gesamtmagnetfeld. Andere Geometrien, bei denen die Sensorschicht von der Detektionsspule umschlossen ist, können Füllfaktoren bis zu $F \rightarrow 1$ erreichen [Kem18]. Der Hauptvorteil der in dieser Arbeit verwendeten Geometrie ist jedoch, dass die Detektionsspulen in einer einzigen Schicht mikrofertigt werden können und so keine vertikalen Durchkontaktierungen (Vias) zu einem höher gelegenen Teil der Detektionsspule notwendig sind. Die Fabrikation solcher Vias, die eine vergleichbare supraleitende Stromtragfähigkeit wie einschichtige Strukturen besitzen, ist technologisch sehr herausfordernd und wurde im Rahmen dieser Arbeit daher nicht in Betracht gezogen.

2.4.1 Magnetfeldverteilung im Temperatursensor

Wie in Abschnitt 2.3 gezeigt, hängen Wärmekapazität und Magnetisierung des Sensormaterials von der magnetischen Flussdichte \vec{B} ab. Um Vorhersagen über die thermodynamischen Eigenschaften eines Sensors treffen zu können, ist also die Kenntnis über die Magnetfeldverteilung im Sensor nötig. Das vom Dauerstrom I_0 erzeugte \vec{B} -Feld ist in der oben beschriebenen Detektorgeometrie mit mäanderförmiger Detektionsspule inho-

mogen und kann nicht analytisch berechnet werden. Daher wird dessen Berechnung im Rahmen dieser Arbeit mithilfe des Programms FEMM¹ numerisch durchgeführt. Da eine mäanderförmige Detektionsspule entlang der langen Richtung der einzelnen Streifen aus einer zahlreichen Wiederholung hin- und rücklaufender supraleitender Leiterbahnen besteht, genügt für die Simulation die Betrachtung eines einzelnen Leiterpärchens mit hin- und rücklaufendem Strom und die Annahme von periodischen Randbedingungen. Entlang der Streifen wird eine unendliche Ausdehnung der Leiterbahnen angenommen. Eine so exemplarisch simulierte Magnetfeldverteilung ist in Abbildung 2.5 dargestellt. Die 250 nm hohen, rechteckigen Leiterbahnen besitzen eine Breite von je $w = 3 \mu\text{m}$ und einen Mitte-zu-Mitte-Abstand von $p = 6 \mu\text{m}$. Sie sind vollständig von einer 350 nm dicken Isolationsschicht bedeckt, die typischerweise aus Siliziumdioxid (SiO_2) besteht. Darauf befindet sich in diesem Beispiel die $1,5 \mu\text{m}$ dicke Sensorschicht. Für die Simulation wurde für die supraleitenden Leiterbahnen eine Permeabilitätszahl $\mu_r = 0$ (ideal diamagnetisch) und für die restlichen Schichten $\mu_r = 1$ angenommen.

In Abbildung 2.5 sind die simulierten Magnetfeldlinien in grauer Farbe dargestellt, die aufgrund der entgegengesetzten Stromrichtung gegenläufig um die beiden Leiterbahnen verlaufen. Die magnetische Flussdichte in z -Richtung nimmt rapide mit der Distanz zu den Bahnen ab. Farblich kodiert ist das ortsabhängige Verhältnis B/I_0 aus der simulierten Flussdichte und dem felderzeugenden Dauerstrom. Dies bietet sich an, da zwischen Dauerstrom und der Stärke der erzeugten magnetischen Flussdichte eine Proportionalität besteht. Es genügt also für jede Spulengeometrie eine einzige Simulation der Magnetfeldverteilung für einen gegebenen Dauerstrom, die dann auf andere Ströme

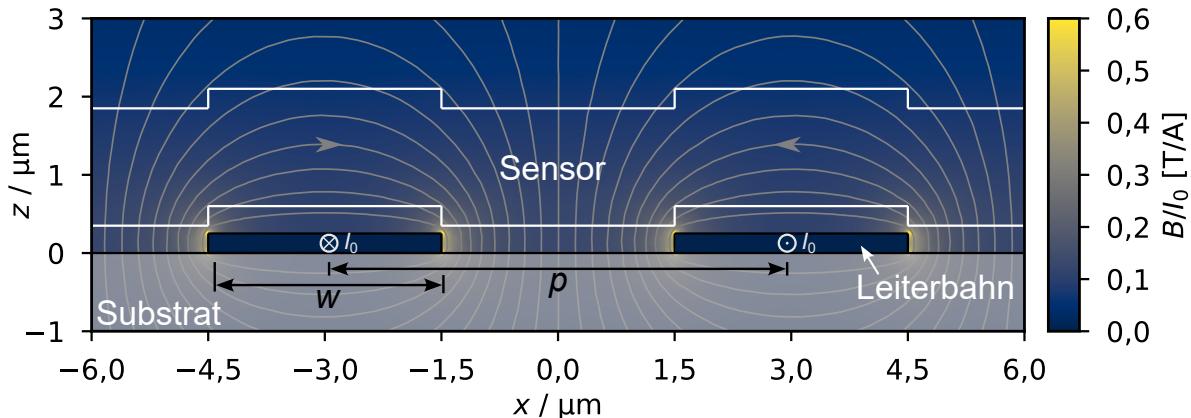


Abbildung 2.5: Mit der Software FEMM simulierte Magnetfeldverteilung im Querschnitt zweier benachbarter Leiterbahnen einer mäanderförmigen Detektionsspule mit der Dicke 250 nm, der Leiterbahnbreite $w = 3 \mu\text{m}$ und dem Mitte-zu-Mitte-Abstand $p = 6 \mu\text{m}$. Farblich kodiert ist das Verhältnis der Flussdichte zu dem in der Detektionsspule fließenden Dauerstrom B/I_0 . Für die Berechnung der Signalgröße eines magnetischen Mikrokalorimeters ist die Magnetfeldverteilung im weiß eingerahmten Sensor relevant, der hier eine Höhe von $1,5 \mu\text{m}$ besitzt. Zwischen Detektionsspule und Sensor befindet sich eine 350 nm dicke Isolationsschicht.

¹Finite Element Method Magnetics von David Meeker (<https://www.femm.info/>)

skaliert werden kann. Außerdem wird in [Bur04] mithilfe des Reziprozitätstheorems gezeigt, dass B/I_0 als Kopplungsfaktor zwischen Detektionsspule und den magnetischen Momenten an jedem Ort im Sensor verstanden werden kann². Die Richtung der magnetischen Flussdichte ist dabei nicht relevant für die Berechnung der Signalgröße, sondern es genügt die Kenntnis über ihren Betrag an jedem Ort im Volumen des Sensors.

2.4.2 Berechnung der Signalgröße

Die Signalgröße $\delta\Phi/\delta E$ eines magnetischen Mikrokalorimeters wird als diejenige Änderung des magnetischen Fluxes $\delta\Phi$ in der Detektionsspule beschrieben, die aus einem Energieeintrag δE in den Absorber resultiert. Um diese zu berechnen, wird das Volumen des Sensors in kleine Volumenelemente dV unterteilt. Unter Verwendung von Gleichung 2.2 ergibt sich bei einer Temperaturänderung δT die Magnetisierungsänderung für das Volumenelement am Ort \vec{r} zu

$$\delta M(\vec{r}) = \frac{\partial M(B(\vec{r}))}{\partial T} \delta T. \quad (2.11)$$

Dabei kommen die mittels der Simulationssoftware FEMM bestimmte magnetische Flussdichte $B(\vec{r})$ an den Orten eines jeden Volumenelements sowie die numerisch berechneten thermodynamischen Eigenschaften des Sensormaterials aus Abschnitt 2.3 zur Anwendung. Die Magnetisierungsänderung in einem Volumenelement bewirkt wiederum eine magnetische Flussänderung in der Detektionsspule von

$$d(\delta\Phi) = \frac{B(\vec{r})}{I_0} \delta M(\vec{r}) dV \quad (2.12)$$

mit dem im vorangegangenen Abschnitt beschriebenen Kopplungsfaktor $B(\vec{r})/I_0$. Durch Integration über alle Volumenelemente lässt sich somit die Gesamtflussänderung bei kleiner Temperaturänderung δT des Sensormaterials berechnen:

$$\frac{\delta\Phi}{\delta T} = \int_V \frac{B(\vec{r})}{I_0} \frac{\partial M(B(\vec{r}))}{\partial T} dV. \quad (2.13)$$

Die Signalgröße ergibt sich dann unter Einbeziehung der Gesamtwärmekapazität des Detektors mit Gleichung 2.1 zu

$$\frac{\delta\Phi}{\delta E} = \frac{1}{C_a + \int_V c_s(B(\vec{r})) dV} \int_V \frac{B(\vec{r})}{I_0} \frac{\partial M(B(\vec{r}))}{\partial T} dV. \quad (2.14)$$

Dabei wird die Wärmekapazität C_s des Sensors ebenfalls unter Zuhilfenahme der simulierten Magnetfeldverteilung und der numerisch berechneten spezifischen Wärmekapazität c_s bestimmt.

²In [Bur04] und in anderen Arbeiten wird typischerweise ein ortsabhängiger, dimensionsloser Geometriefaktor G definiert, der aus dem simulierten Verhältnis B/I_0 bestimmt wird und dessen gewichteter Mittelwert anschließend zur Berechnung der thermodynamischen Eigenschaften des Sensors dient. Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurde hingegen B/I_0 direkt als eigenständiger Kopplungsfaktor betrachtet und, wie im folgenden Abschnitt gezeigt wird, für die Berechnung der thermodynamischen Eigenschaften genutzt. Dabei sei angemerkt, dass beide Varianten äquivalent sind und zu gleichen Ergebnissen führen.

2.4.3 Signalkopplung zum Sensor-SQUID

Wie oben erwähnt, bilden die Detektionsspulen beider Detektorpixel mit der jeweiligen Induktivität L_m sowie die Einkoppelspule des SQUIDs mit der Induktivität L_{in} einen supraleitenden Flusstransformator. Ein Ersatzschaltbild dieser Anordnung ist in Abbildung 2.6 dargestellt. Parasitäre Induktivitäten von Leiterbahnen und Bonddrähten zwischen den Detektionsspulen und der Einkoppelspule des SQUIDs werden durch die Induktivität L_{par} beschrieben. Aufgrund der magnetischen Flusserhaltung in geschlossenen supraleitenden Schleifen werden bei einer Flussänderung $\delta\Phi$ in einer der beiden Detektionsspulen Abschirmströme im Flusstransformator erzeugt, die der Flussänderung exakt entgegenwirken. Für die Berechnung der Flussänderung im SQUID muss der Strom δI durch die Einkoppelspule des SQUIDs bestimmt werden. Es lässt sich zeigen, dass dieser durch

$$\delta I = \frac{\delta\Phi}{L_m + 2(L_{in} + L_{par})} \quad (2.15)$$

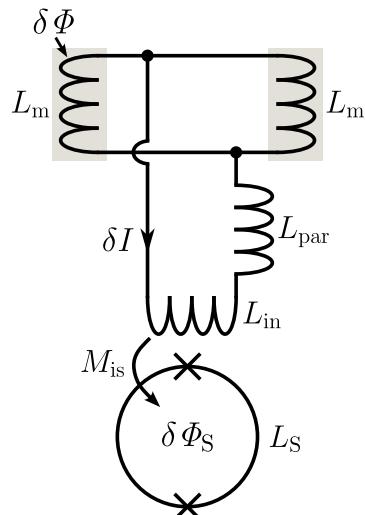
gegeben ist [Kem18]. Dabei hängt das Vorzeichen der Stromänderung davon ab, in welcher der beiden Detektionsspulen die Flussänderung stattfindet. Die Fluss-zu-Fluss-Kopplung zwischen der Flussänderung $\delta\Phi$ in der Detektionsspule und der zugehörigen Flussänderung $\delta\Phi_S$ in der SQUID-Schleife ergibt sich zu

$$\frac{\delta\Phi_S}{\delta\Phi} = \frac{k\sqrt{L_S L_{in}}}{L_m + 2(L_{in} + L_{par})}. \quad (2.16)$$

Dabei bezeichnet der Ausdruck $k\sqrt{L_S L_{in}} = M_{is}$ die Gegeninduktivität zwischen der SQUID-Schleife und der SQUID-Einkoppelspule, deren Kopplung mit dem geometrischen Kopplungsfaktor k verknüpft ist. Die Fluss-zu-Fluss-Kopplung ist somit maximal, wenn $L_{in} = L_m/2 + L_{par}$ gilt.

Mit der hier diskutierten Detektorgeometrie können zwei Detektorpixel mit nur einem SQUID ausgelesen werden. Hierdurch halbiert sich die benötigte Anzahl an SQUIDs

Abbildung 2.6: Ersatzschaltbild des supraleitenden Flusstransformators zwischen den Detektionsspulen L_m und der SQUID-Einkoppelspule L_{in} . Eine Flussänderung $\delta\Phi$ in einer der Spulen führt zu einem Stromfluss δI durch die SQUID-Einkoppelspule.



zur Auslese von Detektorsystemen mit mehreren Pixeln. Ereignisse in den beiden Pixeln lassen sich anhand des Vorzeichens des gemessenen Signals unterscheiden. Dagegen führt eine identische und gleichzeitige Flussänderung in beiden Detektionsspulen zu keinem Messsignal, da sich die in der Einkoppelpulse induzierten Abschirmströme exakt kompensieren. Durch diesen gradiometrischen Aufbau lassen sich Fluktuationen von magnetischen Hintergrundfeldern im Nutzmesssignal effektiv unterdrücken. Besitzen zudem beide Detektorpixel symmetrische Sensoren, so heben sich Signale, die durch identische Temperaturänderungen in beiden Pixeln entstehen, gegenseitig auf. Störungen im Messsignal aufgrund von Fluktuationen der Chiptemperatur werden dadurch effektiv unterdrückt. Besitzt der Detektor hingegen asymmetrische Sensoren, so lässt sich aus dem zeitlichen Verlauf des dc-Offsets des Messsignals der zeitliche Verlauf der Chiptemperatur ableiten. Diese Information kann dazu genutzt werden, eine Temperaturkorrektur der Messdaten hinsichtlich der schwankenden Betriebstemperatur des Detektors durchzuführen.

2.5 Energieauflösung eines magnetischen Mikrokalorimeters

Für die in den späteren Kapiteln dieser Arbeit durchgeführte Optimierung magnetischer Mikrokalorimeter ist der Optimierungsparameter unter Berücksichtigung aller experimentellen Randbedingungen stets die Energieauflösung. Wie im folgenden Abschnitt gezeigt wird, kann diese aus der Signalform und den Rauschbeiträgen des Detektors bestimmt werden.

2.5.1 Optimales Filter

Für die Abschätzung der Amplitude eines verrauschten Detektorsignals wird üblicherweise ein optimales Filter verwendet [McC05, Fle05]. Dafür wird ein Detektorsignal der Form $s(t) = Ap(t) + n(t)$ mit der Amplitude A betrachtet, das sich aus der Detektorantwort $Ap(t)$, die in Abschnitt 2.5.2 ausführlich diskutiert wird, und einem additiven stationären Rauschen $n(t)$ zusammensetzt. Durch Aufteilung der Fourier-Transformierten des Signals in äquidistante Frequenzabschnitte ergibt sich die i -te Fourierkomponente zu

$$\tilde{s}_i = A\tilde{p}_i + \tilde{n}_i. \quad (2.17)$$

Dabei ist jede Komponente \tilde{s}_i proportional zur gesuchten Amplitude A . Für jeden der Frequenzabschnitte kann eine unabhängige Abschätzung A_i der Amplitude erfolgen. Die geschätzte Amplitude des Detektorsignals ergibt sich dann zu

$$A = \sum_i w_i A_i \quad \text{mit} \quad w_i = \frac{SNR_i^2}{\sum_k SNR_k^2}. \quad (2.18)$$

Jede unabhängige Schätzung A_i geht mit einem Gewichtungsfaktor w_i in die Gesamtschätzung ein, der sich aus dem Signal-zu-Rausch-Verhältnis SNR_i im jeweiligen Fre-

quenzabschnitt ergibt. Das Signal-zu-Rausch-Verhältnis wird aus der Fouriertransformierten der Punktantwortfunktion des Detektors $\tilde{p}(f)$ und der spektralen Leistungsdichte $S_n(f)$ des Rauschens $n(t)$ berechnet zu

$$SNR(f) = \frac{|\tilde{p}(f)|}{\sqrt{S_n(f)}}. \quad (2.19)$$

Die Energieauflösung ΔE_{FWHM} ist dann durch den Ausdruck

$$\Delta E_{FWHM} = 2\sqrt{2\ln(2)} \left(\int_0^\infty SNR^2(f) df \right)^{-1/2} \quad (2.20)$$

gegeben [McC05]. Für die Optimierung magnetischer Mikrokalorimeter ist also die Kenntnis der Signalform und aller relevanten Rauschbeiträge notwendig. In den folgenden Abschnitten werden deren Ursprünge und mathematische Repräsentationen zusammengefasst.

2.5.2 Signalform

Für die Herleitung der Signalform eines magnetischen Mikrokalorimeters wird nach [Fle05] das thermodynamische Modell in Abbildung 2.7 verwendet. Hierbei wird der Detektor als kanonisches Ensemble mit zwei Subsystemen beschrieben, die das System der Elektronen mit Wärmekapazität C_e und das System der magnetischen Momente mit Wärmekapazität C_s darstellen. Die thermische Kopplung zwischen beiden Subsystemen wird über den Wärmeleitwert G_{es} modelliert. Außerdem ist das Elektronensystem über den Wärmeleitwert G_{ew} an das Wärmebad gekoppelt. Die Rauschquellen P_{es} und P_{ew} beschreiben thermodynamische Energiefluktuationen (TEF) zwischen den verschiedenen Systemen und werden in Abschnitt 2.5.3 für die Modellierung des damit verbundenen Rauschbeitrags genutzt.

Die gemessene Signalform eines magnetischen Mikrokalorimeters entspricht dem zeitlichen Verlauf der Temperatur des Systems der magnetischen Momente nach der Deposition der Energie E_0 in das Elektronensystem. Das zeitliche Verhalten des Detektorsystems kann nach [Fle03] über die folgenden Differentialgleichungen beschrieben werden:

$$C_e \dot{T}_e = (T_s - T_e)G_{es} - P_{es} + (T_0 - T_e)G_{ew} - P_{ew} + \delta E(t) \quad (2.21)$$

$$C_s \dot{T}_s = (T_e - T_s)G_{es} + P_{es} \quad (2.22)$$

Dabei benennen T_e , T_s und T_0 die Temperaturen des Elektronensystems, des Systems der magnetischen Momente beziehungsweise des Wärmebads. Es wird davon ausgegangen, dass das Elektronensystem instantan thermalisiert, das heißt der zeitliche Verlauf des Energieeintrags ist durch $\delta E(t) = E_0 \delta(t)$ mit der Delta-Distribution $\delta(t)$ gegeben. Die Berechnung der Signalform geschieht unter der Annahme $P_{es}(t) = 0$ und $P_{ew}(t) = 0$. Der zeitliche Verlauf der Temperaturänderung des Systems der magnetischen Momente

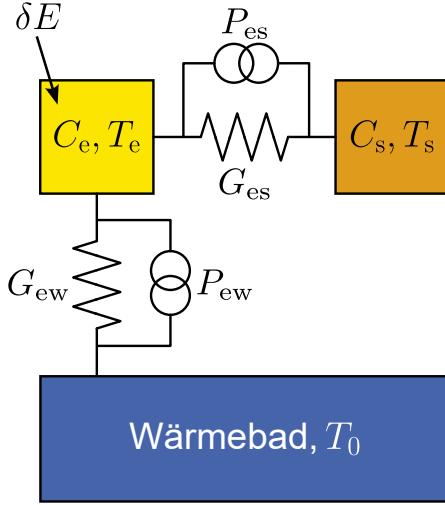


Abbildung 2.7: Schematische Darstellung des thermodynamischen Modells eines magnetischen Mikrokalorimeters zur Herleitung der Signalform und der spektralen Leistungsdichte der thermodynamischen Energiefluktuationen. Eine detaillierte Beschreibung des Modells und der darin enthaltenen physikalischen Größen wird im Haupttext gegeben.

entspricht $\delta T_s = T_s - T_0$ und ist durch Lösen der Differentialgleichungen gegeben durch

$$\delta T_s(t) = \frac{E_0}{C_e + C_s} (-e^{-t/\tau_0} + e^{-t/\tau_1}) = \frac{E_0}{C_s} p(t), \quad (2.23)$$

wobei die Punktantwortfunktion $p(t)$ des Detektors definiert ist als

$$p(t) := \beta(-e^{-t/\tau_0} + e^{-t/\tau_1}) \quad \text{mit} \quad \beta := \frac{C_s}{C_e + C_s}. \quad (2.24)$$

Gilt $\tau_0 \ll \tau_1$, so steigt das Temperatursignal zunächst exponentiell mit der Zeitkonstante τ_0 auf den Maximalwert $E_0/(C_e + C_s)$ an und fällt anschließend mit der Zeitkonstante τ_1 auf die Ausgangstemperatur T_0 zurück. Die Zeitkonstanten sind gegeben durch [Fle03]

$$\tau_{0/1} = \frac{1}{2} \frac{C_e G_{es} + C_s (G_{es} + G_{ew})}{G_{es} G_{ew}} \mp \sqrt{\left(\frac{C_e G_{es} + C_s (G_{es} + G_{ew})}{G_{es} G_{ew}} \right)^2 - 4 \frac{C_s C_e}{G_{es} G_{ew}}}. \quad (2.25)$$

Für den typischen Fall, dass $G_{es} \gg G_{ew}$ und $\beta \approx 1/2$ gelten, lassen sich diese auf die Terme

$$\tau_0 = \frac{1}{G_{es}} \frac{C_e C_s}{C_e + C_s} \quad \text{und} \quad \tau_1 = \frac{C_e + C_s}{G_{ew}} \quad (2.26)$$

vereinfachen. Die Signalabfallszeit τ_1 ist somit bei gegebenen Wärmekapazitäten allein durch die Dimensionierung des Wärmeleitwerts zwischen Elektronensystem und Wärmebad bestimmt. Dies wurde im Rahmen dieser Arbeit beim Entwurf der entwickelten magnetischen Mikrokalorimeter ausgenutzt.

Die Signalanstiegszeit τ_0 ist durch die Relaxationszeit zwischen Elektronen und den magnetischen Momenten bestimmt, die über die Korringa-Relation beschrieben wird. Die Anstiegszeit ergibt sich unter der Annahme von $C_e \approx C_s$ zu [Fle03]

$$\tau_0 = (1 - \beta) \tau_K, \quad (2.27)$$

wobei τ_K die Korringa-Zeitkonstante bezeichnet. Ihre Temperaturabhängigkeit ist durch $\tau_K = \kappa/T$ gegeben. Hierbei bezeichnet κ die materialabhängige Korringa-Konstante, die im Falle von Au:Er den Wert $\kappa = 7 \cdot 10^{-9}$ Ks annimmt [Sjo75]. Die erwarteten Signalanstiegszeiten eines magnetischen Mikrokalorimeters liegen bei einer typischen Betriebstemperatur von $T = 20$ mK daher unter 200 ns. Sie können ferner durch Einführen eines thermischen Nadelöhrs zwischen Absorber und Sensor bewusst ausgebremst werden.

Die oben definierte Punktantwortfunktion des Detektors $p(t)$ dient im folgenden Abschnitt zur Bestimmung der fundamentalen Energieauflösung. Für den Fall, dass die Wärmekapazität des Elektronensystems in etwa der des Systems der magnetischen Momente entspricht, das heißt für $\beta \approx 1/2$, so ist die Fouriertransformierte der Punktantwortfunktion gegeben durch [Fle03]

$$|\tilde{p}(f)| = \frac{2\beta\tau_1}{\sqrt{1 + (2\pi\tau_0 f)^2} \sqrt{1 + (2\pi\tau_1 f)^2}} . \quad (2.28)$$

Diese ist in Abbildung 2.8a) beispielhaft für einen Detektor mit $C_e = C_s = 1$ pJ/K dargestellt. Der Frequenzgang des Signals besitzt ein niederfrequentes Plateau bis zur Frequenz $f_1 = (2\pi\tau_1)^{-1}$, fällt anschließend zunächst proportional zu f^{-1} bis zur Frequenz $f_0 = (2\pi\tau_0)^{-1}$ und anschließend proportional zu f^{-2} ab.

2.5.3 Thermodynamische Energiefluktuationen und fundamentale Energieauflösung

Ein fundamentaler Rauschbeitrag in jedem Mikrokalorimeter entsteht durch Fluktuationen von Energie zwischen den verschiedenen thermodynamischen Systemen [McC05]. Deren Berechnung wird erneut anhand des in Abbildung 2.7 dargestellten thermodynamischen Modells durchgeführt. Für die Modellierung der Energiefluktuationen dienen die zwischen den Subsystemen geschalteten weißen Rauschquellen P_{es} und P_{ew} mit den spektralen Leistungsdichten [Ric94, Fle03]

$$S_{P_{es}} = 4k_B T^2 G_{es} \quad \text{und} \quad S_{P_{ew}} = 4k_B T^2 G_{ew} . \quad (2.29)$$

Unter Abwesenheit eines Energieeintrags, also $\delta E(t) = 0$, und der Annahme, dass die Signalanstiegszeit deutlich schneller als die Signalabfallszeit ist ($\tau_0 \ll \tau_1$), kann die spektrale Leistungsdichte der Energiefluktuationen im System der magnetischen Momente bestimmt werden zu [Fle03]

$$S_{E_{s,TEF}}(f) = 4k_B T^2 C_s \left(\frac{(1-\beta)\tau_0}{1 + (2\pi\tau_0 f)^2} + \frac{\beta\tau_1}{1 + (2\pi\tau_1 f)^2} \right) . \quad (2.30)$$

Der Rauschbeitrag der Energiefluktuationen nimmt also mit steigender Betriebstemperatur des Mikrokalorimeters zu. Wie in Abbildung 2.8a) dargestellt, setzt sich die spektrale Leistungsdichte $S_{E_{s,TEF}}(f)$ aus einem niederfrequenten und einem hochfrequenten Plateau zusammen, die ein Resultat der Energiefluktuationen zwischen dem Elektronensystem und dem Wärmebad beziehungsweise dem Elektronensystem und dem System der magnetischen Momente sind. Die Plateaus besitzen die Abschneidefrequenzen $f_1 = (2\pi\tau_1)^{-1}$ und $f_0 = (2\pi\tau_0)^{-1}$.

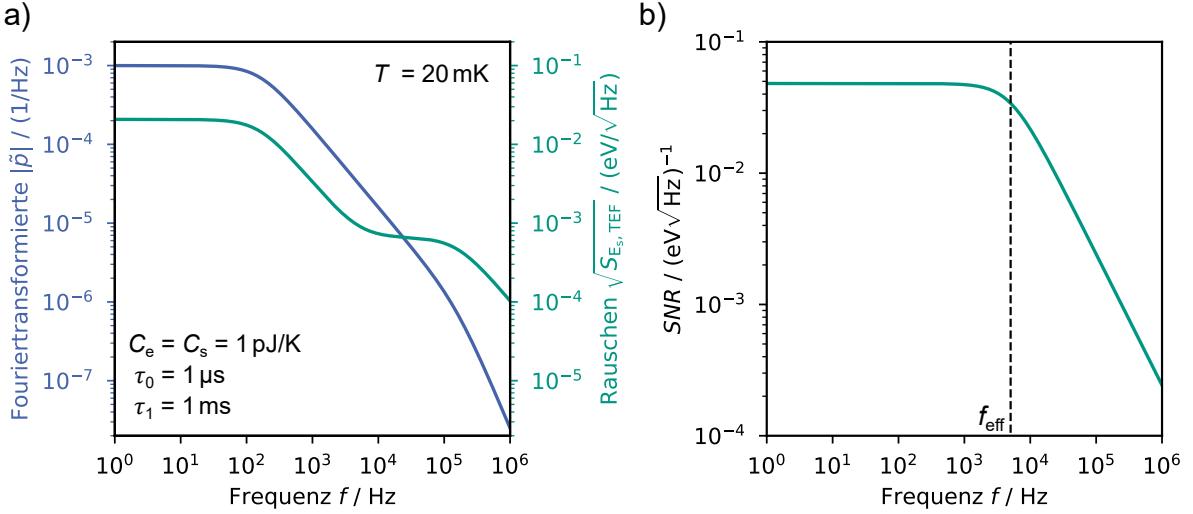


Abbildung 2.8: a) Fouriertransformierte der Punktantwortfunktion sowie spektrale Dichte der thermodynamischen Energiefliktuationen eines magnetischen Mikrokalorimeters. b) Zu gehöriger Frequenzgang des Signal-zu-Rausch-Verhältnisses.

Abbildung 2.8b) zeigt den Frequenzgang des in Gleichung 2.19 definierten Signal-zu-Rausch-Verhältnisses $\text{SNR}(f)$, sofern nur thermodynamische Energiefliktuationen als Rauschbeitrag berücksichtigt werden. Es ist zu erkennen, dass das Signal-zu-Rausch-Verhältnis unter den Annahmen $\beta \approx 1/2$ und $\tau_0 \ll \tau_1$ bis zur Frequenz

$$f_{\text{eff}} = \sqrt{f_0 f_1} \sqrt{\frac{\beta}{1 - \beta}} \quad (2.31)$$

ein Plateau besitzt und anschließend zu höheren Frequenzen hin stark abfällt [Fle03]. Die Energieauflösung ΔE_{FWHM} kann unter Verwendung von Gleichung 2.20 aus dem Signal-zu-Rausch-Verhältnis bestimmt werden und ergibt sich nach [Fle03] für den Fall, dass $\beta \approx 1/2$ und $\tau_0 \ll \tau_1$ gelten, zu

$$\Delta E_{\text{FWHM}} \approx 2,35 \sqrt{4k_B C_e T^2} \left(\frac{1}{\beta(1 - \beta)} \frac{\tau_0}{\tau_1} \right)^{1/4}. \quad (2.32)$$

Hieraus geht hervor, dass die Energieauflösung umso besser wird, je kürzer die Signalanstiegszeit des Detektors ist. Dies folgt aus der Tatsache, dass sich die Abschneidefrequenz des Signal-zu-Rausch-Verhältnisses f_{eff} dabei zu höheren Frequenzen verschiebt. Ein Mikrokalorimeter mit verschwindend geringer Signalanstiegszeit, $\tau_0 \rightarrow 0$, könnte daher je nach Wahl der Auslesebandbreite eine beliebig gute Energieauflösung erreichen [Fle03, McC05]. Da die Signalanstiegszeit jedoch durch die endliche Relaxationszeit zwischen den Elektronen und den magnetischen Momenten aus Gleichung 2.27 gegeben ist, beschränkt diese die Energieauflösung eines magnetischen Mikrokalorimeters auf fundamentale Weise. Ferner führt eine längere Signalabfallszeit τ_1 zu einer Verbesserung der Energieauflösung, wodurch jedoch auch die maximale Zählrate des Detektors beeinträchtigt wird. Für den Betrieb magnetischer Mikrokalorimeter sind zudem sehr tiefe

Temperaturen zu bevorzugen. Dies folgt direkt aus der Tatsache, dass so die thermodynamischen Energiefliktuationen abnehmen, das Signal-zu-Rausch-Verhältnis zunimmt und sich somit die Energieauflösung verbessert. Gleiches gilt für die bei tiefen Temperaturen geringe elektronische Wärmekapazität der Elektronen C_e . Die Energieauflösung nimmt für den Fall $\beta = 1/2$ ein Optimum an, das heißt, wenn die Wärmekapazität der Elektronen der des Systems der magnetischen Momente entspricht.

2.5.4 Weitere Rauschbeiträge

Neben den oben erläuterten thermodynamischen Energiefliktuationen $S_{E_s,TEF}(f)$ existieren weitere Rauschbeiträge, die die Energieauflösung eines magnetischen Mikrokalorimeters verschlechtern können. Dazu zählen der Rauschbeitrag der SQUID-Auslese $S_{\Phi_s,SQ}(f)$, ein niederfrequentes Zusatzrauschen $S_{\Phi,Er}(f)$, das den Erbium-Ionen zuzuordnen ist, sowie magnetisches Johnson-Rauschen $S_{\Phi,J}(f)$ metallischer Detektorkomponenten. Das scheinbare Gesamtflussrauschen im Sensor-SQUID ergibt sich für die in Abbildung 2.4 dargestellte Detektorgeometrie zu:

$$S_{\Phi_s,ges} = S_{\Phi_s,SQ} + 2 \left(\frac{\delta \Phi_s}{\delta \Phi} \right)^2 \left[\left(\frac{1}{C_s} \frac{\delta \Phi}{\delta T} \right)^2 S_{E_s,TEF} + S_{\Phi,Er} + S_{\Phi,J} \right]. \quad (2.33)$$

Für die Umrechnung wird die Fluss-zu-Fluss-Kopplung $\delta \Phi_s / \delta \Phi$ des in Abschnitt 2.4.3 beschriebenen Flusstransformators zwischen Detektionsspulen und SQUID sowie $\delta \Phi / \delta T$ aus Gleichung 2.13 verwendet. Der Faktor 2 röhrt von der Tatsache her, dass der Detektor aus zwei Detektorpixeln besteht. Für die Berechnung des Signal-zu-Rausch-Verhältnisses $SNR(f)$ nach Gleichung 2.19 werden die Punktantwortfunktion und die Rauschbeiträge des Detektors typischerweise im System der magnetischen Momente betrachtet. Die Berechnung des scheinbaren Gesamtrauschens im System der magnetischen Momente erfolgt dabei mit dem Ausdruck

$$S_{E_s,ges} = C_s^2 \left[\left(\frac{\delta \Phi_s}{\delta \Phi} \right) \left(\frac{\delta \Phi}{\delta T} \right) \right]^{-2} S_{\Phi_s,ges}. \quad (2.34)$$

In Abbildung 2.9 sind die einzelnen Rauschbeiträge sowie das Gesamtrauschen beispielhaft für das im Rahmen dieser Arbeit entwickelte und in Kapitel 7 beschriebene ^{55}Fe -Detektorarray dargestellt. In den folgenden Abschnitten werden die weiteren Rauschbeiträge kurz erläutert und mathematisch beschrieben.

Rauschen der SQUID-basierten Detektorauslese

Wie in Abschnitt 3.2 erläutert wird, wurde im Rahmen dieser Arbeit ein zweistufiger SQUID-Aufbau für die Auslese der magnetischen Mikrokalorimeter verwendet. Der Rauschbeitrag der SQUID-Auslese kann als scheinbares Gesamtflussrauschen im Sensor-SQUID mit der spektralen Leistungsdichte

$$S_{\Phi_s,SQ}(f) = S_{\Phi_s,SQ,w} + \frac{S_{\Phi_s,SQ,1/f}(1\text{Hz})}{(f/\text{Hz})^\alpha} \quad (2.35)$$

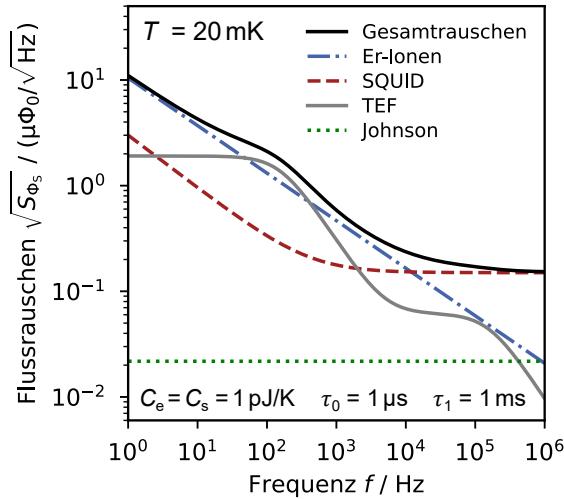


Abbildung 2.9: Berechnetes scheinbares magnetisches Flussrauschen im Sensor-SQUID der einzelnen Rauschbeiträge sowie des Gesamtrauschens eines magnetischen Mikrokalorimeters. Für dieses Beispiel wurden die Parameter des in dieser Arbeit entwickelten ^{55}Fe -Detektorarrays verwendet (siehe Kapitel 7).

beschrieben werden. Dieses setzt sich aus einem $1/f$ -artigen und einem weißen Rauschanteil zusammen, wobei der $1/f$ -artige Anteil bei niedrigen Frequenzen das Gesamtrauschen des SQUIDs dominiert. Der Parameter α beschreibt die Steilheit, mit der der $1/f$ -artige Rauschanteil zu hohen Frequenzen hin abfällt und nimmt typischerweise Werte zwischen 0,5 und 1,5 an [Dru11, Kem16]. Der weiße Rauschanteil wird durch das Nyquist-Rauschen der normalleitenden Widerstände parallel zu den Josephson-Kontakten dominiert (siehe Abbildung 3.1), während der Ursprung des $1/f$ -artigen Rauschanteils noch nicht vollständig geklärt ist.

Niederfrequentes Flussrauschen der Erbium-Ionen

In magnetischen Mikrokalorimetern wurde ein $1/f$ -artiger Rauschbeitrag festgestellt, dessen Ursprung auf die Erbium-Ionen im Sensormaterial zurückgeführt wird [Dan05, Fle09]. Der Mechanismus des Rauschens ist bis jetzt nicht vollständig verstanden. Untersuchungen zeigen, dass die Stärke des Rauschbeitrags temperaturunabhängig im Bereich von 30 mK bis 4 K ist [Fle04] und proportional zur Anzahl der Erbium-Ionen im Sensor des Detektors ansteigt. Dabei kann die spektrale Leistungsdichte des Rauschbeitrags eines einzelnen Erbium-Ions empirisch mit dem Ausdruck

$$S_m(f) \approx 0,1 \mu_B^2 \left(\frac{f}{\text{Hz}} \right)^{-\zeta} \text{Hz}^{-1} \quad (2.36)$$

beschrieben werden, wobei $\mu_B = 9,27 \cdot 10^{-24} \text{ J/T}$ das Bohr'sche Magneton bezeichnet. Der Exponent ζ nimmt abhängig von der Detektorgeometrie Werte zwischen 0,8 und 1 an [Fle09]. Das von den magnetischen Momenten in der Sensorschicht erzeugte Flussrauschen in der Detektionsspule ist somit gegeben durch

$$S_{\Phi,\text{Er}}(f) = \left\langle \frac{B^2}{I_0^2} \right\rangle S_m(f) N_{\text{Er}}. \quad (2.37)$$

Hierbei bezeichnet $\langle B^2 I_0^{-2} \rangle$ den mittleren Kopplungsfaktor zwischen Sensor und Detektionsspule (vergleiche Abschnitt 2.4.1) sowie N_{Er} die Anzahl der Erbium-Ionen in der Sensorschicht.

Magnetisches Johnson-Rauschen

Leitfähige Metalle erzeugen in ihrer Umgebung aufgrund der thermischen Bewegung ihrer Ladungsträger fluktuierende Magnetfelder, die zu einem zusätzlichen Flussrauschen in der Detektionsspule führen. Aufgrund seiner Ähnlichkeit zum elektrischen Johnson-Rauschen wird dieser Rauschbeitrag als magnetisches Johnson-Rauschen bezeichnet. Für die in dieser Arbeit verwendete Detektorgeometrie kann die spektrale Leistungsdichte des in der Detektionsspule erzeugten Flussrauschens, das von einer metallischen Schicht parallel und im Abstand d zur Detektionsspule ausgeht, durch den empirischen Ausdruck

$$S_{\Phi,J}(f) = \frac{2,376}{4\pi} \mu_0^2 k_B T \sigma A p (e^{-2\pi d/p} - e^{-2\pi(d+h)/p}) \quad (2.38)$$

beschrieben werden [Pie08, Pie12]. Hier bezeichnen σ und h die elektrische Leitfähigkeit und Höhe der Metallschicht sowie A den Flächenüberlapp mit der mäanderförmigen Detektionsspule, deren Leiterbahnen einen Mitte-zu-Mitte-Abstand von p besitzen. Die Rauschleistungsdichte nimmt proportional mit der Temperatur T und der Leitfähigkeit der Metallschicht zu. Den größten Rauschbeitrag liefern aufgrund ihrer unmittelbaren Nähe zur Detektionsspule die Sensorschicht und der Teilchenabsorber (vergleiche Abschnitt 2.4). Die Berechnung der elektrischen Leitfähigkeit bei kryogenen Temperaturen geschieht dabei unter Verwendung des spezifischen Widerstandes bei Raumtemperatur und des Restwiderstandsverhältnisses (siehe Gleichung 2.5). Der Widerstand des Sensormaterials setzt sich aus dem Widerstand des Wirtsmetalls und einem Beitrag der Erbium-Ionen zusammen, der proportional zur Erbium-Konzentration des Sensormaterials ist [Ara66]: $\rho_{\text{Er}} = x_{\text{Er}} \cdot 6,7 \cdot 10^{-12} \Omega \text{m}$ mit $[x_{\text{Er}}] = \text{ppm}$.

3 Experimentelle Methoden

In diesem Kapitel werden die im Rahmen dieser Arbeit eingesetzten experimentellen Methoden vorgestellt. Hierzu zählen einerseits die verschiedenen Strukturierungsprozesse, die bei der Mikrofabrikation der in dieser Arbeit entwickelten magnetischen Mikrokalorimeter verwendet wurden. Andererseits werden die Methoden beschrieben, die für den Betrieb und die Auslese der Detektoren eingesetzt wurden. Hierzu zählen die SQUID-basierte Detektorauslese, der kryogene Messaufbau sowie die Erfassung und Analyse der Detektorsignale.

3.1 Mikrostrukturierung mit UV-Fotolithografie

Die Mikrofabrikationsprozesse zur Strukturierung von Dünnschichten, die im Rahmen dieser Arbeit in der Technologie-Abteilung des Instituts für Mikro- und Nanoelektronische Systeme durchgeführt wurden, lassen sich grundsätzlich in zwei Kategorien unterteilen, nämlich die Strukturierung mittels eines plasmaunterstützten Trockenätzprozesses in einer Plasmaätzanlage und die Strukturierung mittels eines Lift-Off-Verfahrens. Im Folgenden werden die einzelnen Prozessschritte für beide Varianten beschrieben. Eine Ausnahme stellt die Deposition und Strukturierung von Au durch einen Galvanikprozess dar, der im Detail in Kapitel 4 diskutiert wird.

Strukturierung mittels plasmaunterstütztem Trockenätzprozess

Für die Strukturierung der untersten Nb-Schicht, die typischerweise die Detektionsspulen sowie die untere Verdrahtung des Detektors beinhaltet, wurde im Rahmen dieser Arbeit grundsätzlich ein plasmaunterstützter Trockenätzprozess verwendet. Der entsprechende Prozess startet mit der vollflächigen Sputterdeposition von Nb auf ein Substrat und dem anschließenden Aufschleudern des Positiv-Fotolacks AZ 701 MIR¹. Nach dem Softbake² auf einer Heizplatte bei 90 °C für 90 s folgen die Belichtung mithilfe eines Laserlithografen MLA 150³, ein Post-Exposure-Bake² (PEB) auf einer Heizplatte bei 110 °C für 90 s und schließlich die Entwicklung des Fotolacks für etwa 90 s in dem Entwickler AZ Developer¹, der im Volumenverhältnis 1:1 mit Reinstwasser verdünnt ist. Für den eigentlichen Plasmaätzprozess standen zwei Anlagen zur Verfügung: Ein

¹Hersteller: Merck KGaA, Darmstadt, Deutschland. Vertrieb durch: MicroChemicals GmbH, Ulm, Deutschland.

²Um konsistent mit der Fachliteratur zu sein, werden in dieser Arbeit einige Fachbegriffe der UV-Fotolithografie aus der englischen Sprache verwendet.

³Hersteller: Heidelberg Instruments Mikrotechnik GmbH, Heidelberg, Deutschland. Dieses Gerät ist Teil des Kompetenzzentrums für Hochauflösende Supraleitende Sensoren (HSS).

Tabelle 3.1: Prozessparameter für das Plasmaätzen von Nb in den beiden in dieser Arbeit eingesetzten Anlagen. Angegeben sind der Gasfluss der Prozessgase, der Prozessgasdruck p_{Prozess} sowie die verwendeten rf-Leistungen. Bei Verwendung der ICP-RIE wurde vor dem eigentlichen Ätzprozess ein Schritt zur Reinigung der Oberfläche durchgeführt.

Prozess	Parameter	IMS-RIE	ICP-RIE
Oberflächenreinigung	Ar		50 sccm
	O ₂		5 sccm
	p_{Prozess}		15 mTorr
	$P_{\text{rf}} \text{ (Tisch)}$		50 W
	$P_{\text{rf}} \text{ (Plasma)}$		600 W
Nb-Ätzen	SF ₆	30 sccm	20 sccm
	O ₂	6 sccm	
	Ar		10 sccm
	p_{Prozess}	260 mTorr	15 mTorr
	$P_{\text{rf}} \text{ (Tisch)}$		10 W
	$P_{\text{rf}} \text{ (Plasma)}$	100 W	300 W

institutseigenes System (IMS-RIE⁴) und ein PlasmaPro 100 Cobra⁵ ICP⁶-RIE-System (ICP-RIE). Die in dieser Arbeit verwendeten Prozessparameter beider Anlagen sind in Tabelle 3.1 zusammengefasst. Unter Verwendung der ICP-RIE findet vor dem eigentlichen Ätzprozess eine Reinigung der Oberfläche in einem Ar-O₂-Plasma für eine Dauer von 90 s statt. Der Ätzprozess erfolgt anschließend in einem SF₆-Ar-Plasma. Im Falle der IMS-RIE kommt für den Ätzprozess ein SF₆-O₂-Gasgemisch zum Einsatz. Der Ätz-Endpunkt wird optisch per Auge (IMS-RIE) oder durch Messung der Oberflächenreflektivität mithilfe eines Lasers (ICP-RIE) detektiert. Als Ätzstopp dient die vollflächige SiO₂-Beschichtung der verwendeten Si-Substrate. Im Anschluss an das Plasmaätzen erfolgt das Entfernen des Fotolacks in dem DMSO-basierten Lösemittel TechniStrip Micro D350⁷ unter Verwendung eines Megaschallbads⁸ für 20 min mit anschließender Reinigung in Aceton und Isopropanol in einem Ultraschallbad. Zu Beginn dieser Arbeit stand lediglich das IMS-RIE-System zur Verfügung. Das ICP-RIE-System wurde erst im Verlauf dieser Arbeit geliefert und installiert. Aufgrund von besseren und reproduzierbareren Ergebnissen wurde von dort an ausschließlich das ICP-RIE-System für die Herstellung der Detektoren genutzt.

Strukturierung mittels Lift-Off-Verfahren

Das Lift-Off-Verfahren wurde für die Strukturierung der meisten in dieser Arbeit hergestellten Dünnschichten angewandt, da auch mit den verfügbaren Plasmaätzprozessen inkompatible Materialien strukturiert werden konnten und grundsätzlich kein Ätzstopp benötigt wird. Der Prozess startet mit dem Aufschleudern des Negativ-Fotolacks AZ nLOF 2020¹ und anschließendem Softbake auf einer Heizplatte bei 110 °C für 5 min.

⁴Die Abkürzung RIE steht für Reactive-Ion Etching.

⁵Hersteller: Oxford Instruments Plasma Technology, Bristol, UK. Dieses Gerät ist Teil des Kompetenzzentrums für Hochauflösende Supraleitende Sensoren (HSS).

⁶Die Abkürzung ICP steht für Inductively Coupled Plasma.

⁷Hersteller: Technic France, Saint-Denis, Frankreich. Vertrieb durch: MicroChemicals GmbH, Ulm, Deutschland.

⁸Hersteller: SONOSYS Ultraschallsysteme GmbH, Neuenbürg, Deutschland.

Nach Belichtung mithilfe eines Laserlithografen MLA 150 folgt ein PEB auf einer Heizplatte bei 115 °C für 2 min und das Entwickeln in dem Entwickler AZ 2026 MIF¹ für etwa 60 s. Im nächsten Schritt erfolgt die vollflächige Deposition der zu strukturierenden Materialschicht auf die Probe. Anschließend wird die Probe für mehrere Stunden in den auf 90 °C temperierten Lack-Stripper TechniStrip Micro D350 gelegt. Alternativ kann die Probe für eine Dauer von mindestens 12 h in Lösemittel bei Raumtemperatur gelegt werden. Der mit deponiertem Material bedeckte Fotolack wird hierbei gelöst und das Negativ der Fotolackstruktur bleibt in Form der Materialstruktur auf der Probe zurück. Schließlich erfolgt eine Reinigung mit TechniStrip Micro D350 in einem Megaschallbad, gefolgt von einer Reinigung in einem Ultraschallbad mit Aceton und Isopropanol. Für die Strukturierung von Materialien, die nicht mit DMSO-basierten Lösemitteln kompatibel sind und daher lediglich mit Aceton und Isopropanol in Kontakt gebracht werden dürfen, wird der Reinigungsschritt im Megaschallbad übersprungen, da Aceton derart flüchtig ist, dass größere Mengen in dem Megaschallbad verdampfen würden.

3.2 SQUID-basierte Auslese magnetischer Mikrokalorimeter

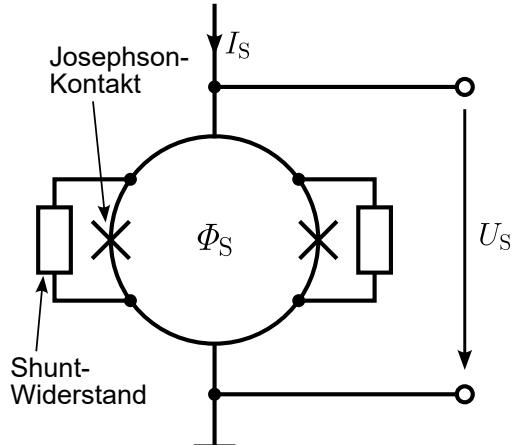
Wie in Abschnitt 2.1 erläutert, erfolgte die Auslese magnetischer Mikrokalorimeter im Rahmen dieser Arbeit mithilfe von mit Gleichstrom betriebenen supraleitenden Quanteninterferenzdetektoren (dc-SQUIDs). Dabei wird die von der Detektionsspule als magnetische Flussänderung erfasste Änderung des magnetischen Moments des Temperatursensors mithilfe der Einkoppelpulpe eines Stromsensor-SQUIDs als magnetische Flussänderung in das SQUID eingekoppelt und dort in ein messbares elektrisches Signal umgewandelt. Im folgenden Abschnitt wird ein kurzer Überblick über die Funktionsweise von dc-SQUIDs gegeben und deren Betriebsweise in den experimentellen Teilen dieser Arbeit erläutert. Eine detaillierte Beschreibung der Funktionsweise eines dc-SQUIDs wird in [Cla04] gegeben.

3.2.1 Funktionsweise eines dc-SQUIDs

Dc-SQUIDs sind Bauelemente zur hochpräzisen Messung von Änderungen des magnetischen Fluxes. Sie basieren auf der Erhaltung und Quantisierung des magnetischen Fluxes in geschlossenen supraleitenden Schleifen sowie den Josephson-Effekten. In Abbildung 3.1 ist das elektrische Ersatzschaltbild eines dc-SQUIDs dargestellt. Es besteht aus einer supraleitenden Schleife, die durch zwei Josephson-Tunnelkontakte unterbrochen ist. Ein Josephson-Tunnelkontakt beschreibt dabei zwei Supraleiter, die durch eine wenige Nanometer dünne, isolierende Tunnelbarriere voneinander getrennt sind. Die parallel zu den Josephson-Kontakten geschalteten Shuntwiderstände dienen zur Unterdrückung hysteretischer Effekte [Cla04].

Wird ein Strom I_S durch das SQUID getrieben, der geringer als der kritische Strom I_C des SQUIDs ist, so kann dieser alleine von Cooper-Paaren getragen werden, die durch die

Abbildung 3.1: Elektrisches Ersatzschaltbild eines dc-SQUIDS, welches aus einer von zwei Josephson-Tunnelkontakte unterbrochenen supraleitenden Schleife besteht. Zur Unterdrückung einer Hysteresis ist parallel zu jedem Josephson-Kontakt ein Shuntwiderstand geschaltet.



Barriere der Josephson-Kontakte tunneln. Für $I_S > I_C$ hingegen fließt ein zusätzlicher Quasiteilchenstrom, der zu einem Spannungsabfall U_S über dem SQUID führt. Der kritische Strom I_C hängt periodisch von dem magnetischen Fluss Φ_S ab, der die SQUID-Schleife durchsetzt. Dabei entspricht eine Periode einem magnetischen Flussquant $\Phi_0 = 2,07 \cdot 10^{-15}$ Wb. Es resultiert eine flussabhängige Strom-Spannungs-Charakteristik des SQUIDS, wie sie in Abbildung 3.2a) für zwei Extremfälle dargestellt ist: Für magnetische Flüsse, die ein ganzzahliges Vielfaches $n \in \mathbb{N}$ des magnetischen Flussquants betragen $\Phi_S = n\Phi_0$, ist der kritische Strom I_C des SQUIDS maximal, wohingegen er für Flüsse $\Phi_S = (n + 1/2)\Phi_0$ minimal wird. Die I - U -Kennlinien nähern sich für hohe Ströme I_S einer Ursprungsgerade an, deren Steigung durch die Shuntwiderstände der Josephson-Kontakte gegeben ist.

Um das SQUID als Fluss-zu-Spannungs-Wandler zu verwenden, wird es mit einem konstanten Betriebsstrom I_S versorgt. Ändert sich nun der magnetische Fluss Φ_S in der SQUID-Schleife, so führt dies zu einer Änderung der Ausgangsspannung U_S . In Abbildung 3.2b) ist die U - Φ -Kennlinie des SQUIDS, dessen I - U -Kennlinien in Abbildung 3.2a) gezeigt sind, beispielhaft für einen Betriebsstrom von $I_S = 30 \mu\text{A}$ dargestellt. Die Ausgangsspannung U_S hängt periodisch vom magnetischen Fluss Φ_S ab und ihre Amplitude entspricht der Differenz der zum gewählten Betriebsstrom I_S zugehörigen Spannungswerte der in Abbildung 3.2a) dargestellten I - U -Kennlinien. Wird das SQUID über einen konstanten Flusseintrag an einem steilen Arbeitspunkt (AP) der U - Φ -Kennlinie betrieben, so kann eine sehr hohe Sensitivität der Ausgangsspannung gegenüber einer Flussänderung in der SQUID-Schleife erreicht werden. Diese Sensitivität wird über den Fluss-zu-Spannungs-Transferkoeffizienten $U_\Phi = |\partial U_S / \partial \Phi_S|$ ausgedrückt [Cla04]. Anstelle des beschriebenen Strombetriebs kann ein dc-SQUID auch im Spannungsbetrieb betrieben werden. Dabei wird eine konstante Betriebsspannung U_S an das SQUID angelegt, woraus ein flussabhängiger Strom I_S durch das SQUID mit dem Fluss-zu-Strom-Transferkoeffizienten $I_\Phi = |\partial I_S / \partial \Phi_S|$ fließt.

Für die Auslese magnetischer Mikrokalorimeter wird die hohe Flusssensitivität von SQUIDS ausgenutzt, um die Stromänderung δI infolge einer Teilchenabsorption hoch-

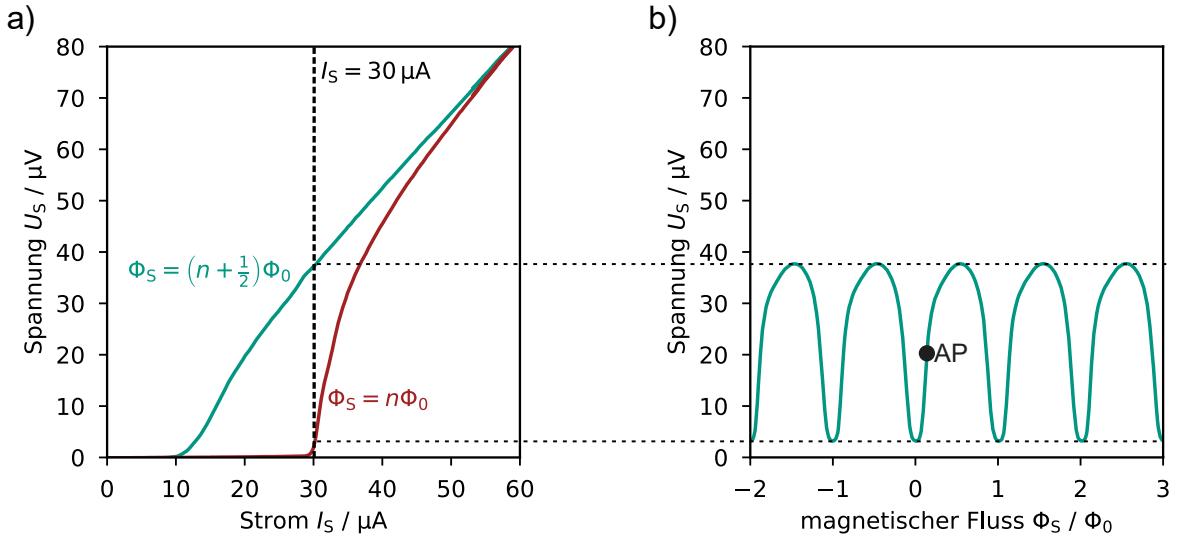


Abbildung 3.2: a) Beispielhafte Strom-Spannungs-Kennlinie eines dc-SQUIDS. Der kritische Strom des SQUIDS hängt von dem magnetischen Fluss Φ_S ab, der die SQUID-Schleife durchsetzt. b) Resultierende Fluss-Spannungs-Kennlinie des SQUIDS für den Betriebsstrom $I_S = 30 \mu\text{A}$. Ein Arbeitspunkt mit hohem Fluss-zu-Spannungs-Transferkoeffizienten ist als AP gekennzeichnet.

präzise zu messen (vergleiche Abbildung 2.6). Dafür werden sogenannte Stromsensor-SQUIDS verwendet, die mit einer dedizierten Einkoppelpule ausgestattet sind und über die der Strom δI eine magnetische Flussänderung $\delta \Phi_S$ in der SQUID-Schleife hervorruft. Dabei ist die Kopplung zwischen der Einkoppelpule und der SQUID-Schleife durch die Gegeninduktivität $M_{is} = k\sqrt{L_S L_{in}}$ gegeben, wobei L_S die Induktivität der SQUID-Schleife und L_{in} die Induktivität der Einkoppelpule bezeichnet. Der Wert $k \leq 1$ beschreibt einen dimensionslosen Kopplungsfaktor. Im weiteren Verlauf dieser Arbeit wird das Stromsensor-SQUID, in das die magnetische Flussänderung des magnetischen Mikrokalorimeters eingekoppelt wird, auch Sensor-SQUID genannt.

3.2.2 Linearisierung des Ausgangssignals

Wie anhand von Abbildung 3.2b) deutlich wird, ist das Ausgangssignal eines am Arbeitspunkt AP betriebenen SQUIDS nur für sehr kleine Flussänderungen $\delta \Phi_S < \Phi_0/\pi$ annähernd linear [Dru04]. Bei größeren Flussänderungen führt die Periodizität des Ausgangssignals zu Nichtlinearitäten. Um den Linearitätsbereich deutlich zu vergrößern, werden dc-SQUIDS typischerweise mit einer Flussrückkopplung (auch FLL für Flux-Locked-Loop genannt) betrieben. In Abbildung 3.3 ist eine Flussrückkopplungsschaltung dargestellt, in der das Sensor-SQUID mit dem Strom I_b betrieben wird. Die am SQUID abfallende Spannung wird von einer Raumtemperaturelektronik verstärkt und gefiltert, wodurch das Ausgangsspannungssignal der Schaltung U_{aus} erzeugt wird. Diese Spannung treibt einen Strom durch den Rückkoppelwiderstand R_{fb} sowie durch eine Rückkoppelpule mit der Gegeninduktivität M_{fb} zur SQUID-Schleife. Die

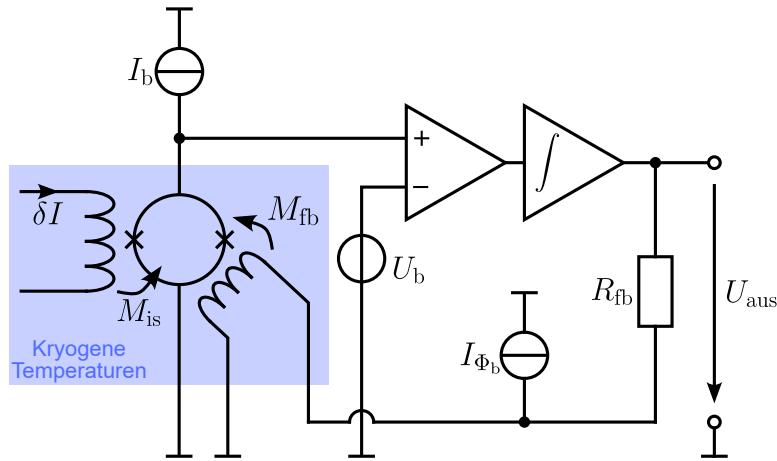


Abbildung 3.3: Ersatzschaltbild eines dc-SQUIDs mit Flussrückkopplung. Die Ausgangsspannung U_{aus} der Flussrückkopplungs-Schaltung wird durch Verstärkung und Filterung der am SQUID abfallenden Spannung in einer Raumtemperaturelektronik erzeugt. Die Spannung U_{aus} treibt einen Strom durch den Rückkoppelwiderstand R_{fb} und die Rückkoppelpulse mit der Gegeninduktivität M_{fb} zur SQUID-Schleife. Die Spannung U_{aus} stellt sich immer gerade so ein, dass die durch den vom Detektor hervorgerufene Flussänderung im SQUID kompensiert wird. Dadurch ist die Ausgangsspannung der Schaltung linear und das SQUID wird stets an einem konstanten Arbeitspunkt gehalten.

Ausgangsspannung U_{aus} stellt sich dabei immer so ein, dass die durch das magnetische Mikrokalorimeter hervorgerufene magnetische Flussänderung $\delta\Phi_S$ in der SQUID-Schleife gerade kompensiert wird und das SQUID dadurch stets an einem konstanten Arbeitspunkt gehalten wird. Somit hängt die Ausgangsspannung U_{aus} linear vom Fluss Φ_S ab und ist allein durch den Rückkoppelwiderstand und die Gegeninduktivität der Rückkoppelpulse mit

$$U_{\text{aus}} = \Phi_S \frac{R_{\text{fb}}}{M_{\text{fb}}} \quad (3.1)$$

gegeben. Die Ausgangsspannung ist also unabhängig von dem oben beschriebenen Transferkoeffizienten U_Φ und der Verstärkungsfaktor der Flussrückkopplungs-Schaltung kann mit R_{fb} und M_{fb} über einen weiten Bereich eingestellt werden. Der Arbeitspunkt des SQUIDs wird mit der Offset-Spannung U_b festgelegt, wobei die Flussrückkopplungs-Schaltung einen beliebigen der äquivalenten Arbeitspunkte AP für die Stabilisierung auswählt.

3.2.3 Zweistufiger SQUID-Aufbau

Bei der in Abbildung 3.3 dargestellten Flussrückkopplungs-Schaltung wird das scheinbare Gesamtflussrauschen im Sensor-SQUID in der Regel durch das Rauschen der bei Raumtemperatur betriebenen SQUID-Ausleseelektronik dominiert [Dru04]. Bei der Auslese eines magnetischen Mikrokalorimeters würde dies in einem geringeren Signal-zu-Rausch-Verhältnis der Detektorsignale resultieren, als wenn das SQUID als solches das Rauschen der SQUID-Auslese dominieren würde und hätte eine Verschlechterung

der Energieauflösung des Detektors zur Folge. Um dem entgegenzuwirken, wird bei einem SQUID-Aufbau zur Auslese magnetischer Mikrokalorimeter in der Regel eine rauscharme Vorverstärkung des SQUID-Ausgangssignals bei kryogenen Temperaturen vorgenommen. Dafür bietet sich die Verwendung eines SQUID-Arrays an, einer Serienenschaltung von N identischen SQUIDS, in die jeweils die identische magnetische Flussänderung eingekoppelt wird [Wel93]. Da sich die Spannungen der einzelnen SQUIDS aufaddieren, skaliert die Ausgangsspannung des SQUID-Arrays mit der Anzahl N der einzelnen SQUID-Zellen, während das intrinsische Flussrauschen des SQUID-Arrays aufgrund der inkohärenten Überlagerung lediglich mit \sqrt{N} skaliert. Dadurch lässt sich der Anteil des Rauschens der Raumtemperaturelektronik an dem scheinbaren Flussrauschen im Sensor-SQUID effektiv verringern [Dru96]. Aufgrund der Funktion des SQUID-Arrays wird dieses im Folgenden auch Verstärker-SQUID genannt.

In Abbildung 3.4 ist ein derartiger zweistufiger SQUID-Aufbau für die Auslese magnetischer Mikrokalorimeter dargestellt, in dem ein SQUID-Array als Verstärker-SQUID zum Einsatz kommt. Das Sensor-SQUID wird hierbei im Spannungsbetrieb betrieben, wobei die Betriebsspannung mit dem Strom I_{b1} erzeugt wird, der durch den Widerstand R_b fließt. Da R_b deutlich kleiner als der dynamische Widerstand $R_{\text{dyn}} = U_{\Phi}/I_{\Phi}$ des Sensor-SQUIDS gewählt wird, entsteht so eine nahezu konstante Betriebsspannung. Dies hat gegenüber dem Strombetrieb den Vorteil einer geringeren Wärmedissipation auf dem Chip des Sensor-SQUIDS, sofern sich der Widerstand R_b gemeinsam mit dem Verstärker-SQUID auf einem anderen Chip befindet [Kra20]. Ein unerwünschtes Aufheizen des magnetischen Mikrokalorimeters auf eine gegenüber der Badtemperatur erhöhte

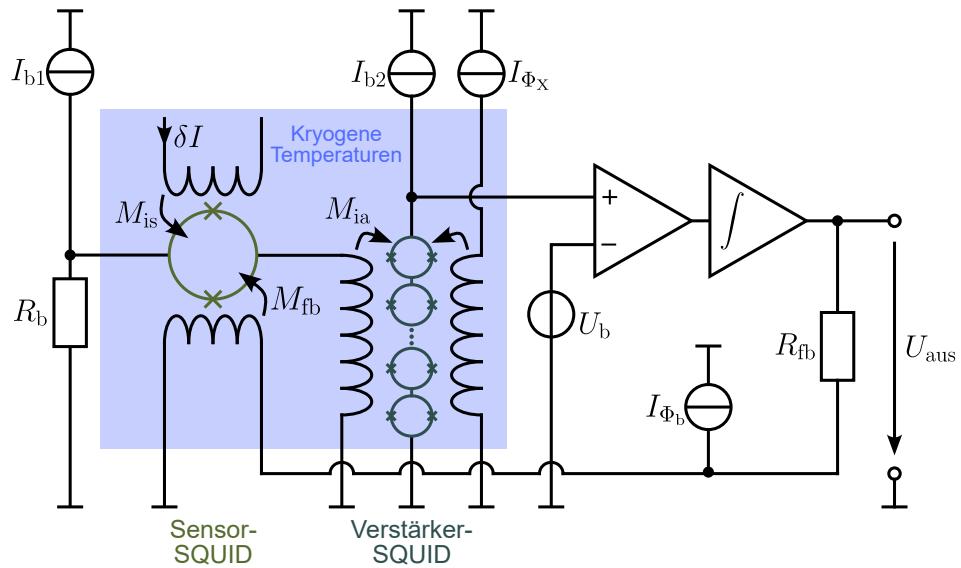


Abbildung 3.4: Ersatzschaltbild eines zweistufigen SQUID-Aufbaus. Durch Vorverstärkung des Signals des Sensor-SQUIDS mit einem Verstärker-SQUID lässt sich der Rauschbeitrag der Raumtemperaturelektronik zum scheinbaren Gesamtflussrauschen im Sensor-SQUID gegenüber dem einstufigen Aufbau in Abbildung 3.3 deutlich verringern. Eine Linearisierung des Ausgangssignals mittels Flussrückkopplung erfolgt hierbei äquivalent zum einstufigen Aufbau.

Betriebstemperatur wird dadurch verringert. Der Ausgangsstrom des Sensor-SQUIDs wird über eine Einkoppelpulse mit der Gegeninduktivität M_{ia} in das Verstärker-SQUID eingekoppelt. Das Verstärker-SQUID wird mit dem Betriebsstrom I_{b2} betrieben. Eine Linearisierung des Ausgangssignals U_{aus} der Schaltung erfolgt äquivalent zu Abbildung 3.3 durch Flussrückkopplung in das Sensor-SQUID. Dabei dienen die Stromquellen I_{Φ_b} und I_{Φ_x} sowie die Spannungsquelle U_b für das Einstellen eines Arbeitspunkts.

3.3 Kryogener Messaufbau für den Betrieb magnetischer Mikrokalorimeter

Für die Erzeugung von Millikelvin-Temperaturen steht am Institut für Mikro- und Na noelektronische Systeme ein Verdünnungskryostat vom Typ LD250⁹ zur Verfügung, der an seiner Experimentierplattform Temperaturen T unter 7 mK erreicht. Für die Charakterisierung der in dieser Arbeit entwickelten magnetischen Mikrokalorimeter wurde der Kryostat entweder bei Basistemperatur¹⁰ betrieben oder mittels eines an der Experimentierplattform angebrachten Heizers auf Temperaturen von bis zu mehreren 100 mK aufgeheizt.

In Abbildung 3.5 ist ein Schema sowie eine Fotografie des in dieser Arbeit verwendeten kryogenen Messaufbaus für den Betrieb und die Auslese magnetischer Mikrokalorimeter dargestellt. Hierbei wurde, wie in Abschnitt 3.2.3 erläutert, ein zweistufiger SQUID-Aufbau verwendet. Die Detektor- und Sensor-SQUID-Chips befanden sich gemeinsam in dem sogenannten Detektor-Modul, während die Verstärker-SQUIDs in einem separaten Modul platziert waren. Beide Module waren mit der Experimentierplattform des Kryostaten verschraubt. Von den Modulen führten steckbare Kabel zu einer an der Experimentierplattform befestigten Steckerbank, von wo aus die Signale über verdrillte Draht-Paare und -Tripel aus CuNi-Draht¹¹ zu den SQUID-Ausleseelektroniken bei Raumtemperatur geführt wurden. Die Drähte waren zur Thermalisierung an jeder Stufe des Kryostaten über Kupferblöcke thermisch angebunden. Die Verkabelung eines einzelnen Messkanals zur Auslese eines einzelnen Detektors ist schematisch in Abbildung 3.5a) dargestellt. Die Sensor- und Verstärker-SQUIDs wurden mit einer XXF-1 SQUID-Ausleseelektronik¹² betrieben. Für die Präparation der felderzeugenden Dauerströme in den Detektionsspulen der Detektoren diente eine CSE-Elektronik¹². Die Digitalisierung der Detektorsignale erfolgte mit einem SIS3316 Analog-Digital-Wandler¹³,

⁹Hersteller: Bluefors Oy, Helsinki, Finnland.

¹⁰Da das Thermometer an der Experimentierplattform nur bis $T = 7 \text{ mK}$ kalibriert ist, wird als Basistemperatur eine unbestimmte Temperatur von $T < 7 \text{ mK}$ bezeichnet.

¹¹Hersteller: ELSCHUKOM GmbH, Veilsdorf, Deutschland. Der Draht besteht zu 98 % aus Kupfer und zu 2 % aus Nickel.

¹²Hersteller: Magnicon GmbH, Hamburg, Deutschland.

¹³Hersteller: Struck Innovative Systeme GmbH, Hamburg, Deutschland.

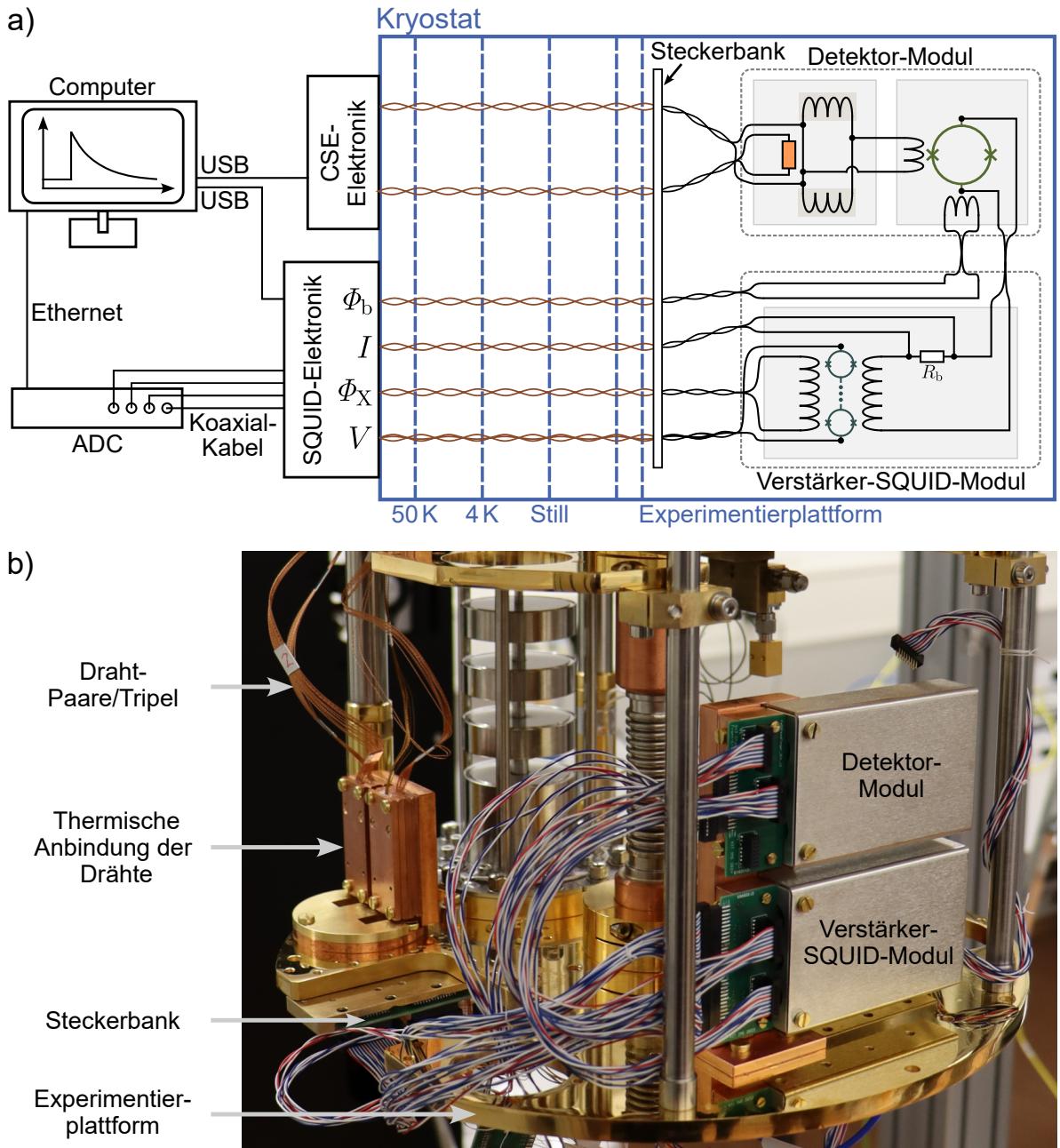


Abbildung 3.5: a) Schematische Darstellung des in dieser Arbeit verwendeten kryogenen Messaufbaus für den Betrieb und die Auslese magnetischer Mikrokalorimeter. Eingezeichnet ist die Verkabelung für den Betrieb eines einzelnen Detektors. Das Sensor- und das Verstärker-SQUID sind über verdrillte Draht-Paare und -Tripel mit einer SQUID-Ausleseelektronik bei Raumtemperatur verbunden. Die Detektorsignale werden mit einem Analog-Digital-Wandler (ADC) erfasst. Für die Präparation des felderzeugenden Dauerstroms im Detektor dient eine CSE-Elektronik. b) Fotografie der Mischkammer-Stufe des Kryostaten mit eingebautem Detektor- und Verstärker-SQUID-Modul.

der in Kombination mit der Datenerfassungs-Software PAQS [Hen17] betrieben wurde. Im Falle von Magnetisierungsmessungen wurde ein 2182A Nanovoltmeter¹⁴ genutzt, um die Ausgangsspannung der SQUID-Ausleseelektronik zu erfassen.

Das oben erwähnte Detektor-Modul wurde im Rahmen dieser Arbeit entwickelt und gefertigt. In Abbildung 3.6 ist ein skizziertes Querschnitt sowie Fotografien des Moduls dargestellt. Die magnetische Schirmung wurde von dem SQUID-Verstärker-Modul adaptiert, das ebenfalls in Abbildung 3.5b) zu sehen ist. Dafür besteht das Modul aus drei „Fingern“, die jeweils in eine Bohrung mit hohem Aspektverhältnis in einem massiven Block aus Aluminium geschoben werden. Eine zusätzliche magnetische Schirmung bietet der Einschub des Aluminium-Blocks in eine Schirmung aus dem weichmagnetischen Material CRYOPHY¹⁵. Jeder der drei Finger kann einen Detektorchip zusammen mit einem Sensor-SQUID-Chip tragen. Um ein Aufheizen der Detektoren aufgrund der Wärmedissipation der Sensor-SQUIDs zu vermeiden, sind die beiden Chips thermisch voneinander separiert. Dafür ist jeder der Finger, wie in Abbildung 3.6a) veranschaulicht, in zwei parallel verlaufende Kupferenteile aufgeteilt. Der untere Teil bietet an seinem Ende eine Plattform, auf die der Detektorchip unter Verwendung des Spulenlacks GE-Varnish¹⁶ geklebt wird. Auf dem oberen Kupferteil ist eine Leiterplatte aufgebracht, auf deren Ende der SQUID-Chip geklebt ist. Die beiden Kupferenteile eines Fingers sind mit Kunststoffschauben aus Polyamid (PA) gegeneinander verschraubt und werden von Abstandshaltern aus Polyvinylchlorid (PVC-U) in Position gehalten. Die thermische Leitfähigkeit der verwendeten Kunststoffe ist bei Millikelvin-Temperaturen verschwindend gering gegenüber der von Kupfer, weshalb die Verschraubungen eine vernachlässigbare thermische Verbindung der Kupferenteile darstellen. Die metallische Verschraubung beider Kupferenteile erfolgt am vorderen Ende des Moduls, wo dieses auch an der Experimentierplattform des Kryostaten angebracht wird. In dieser Konfiguration beträgt die Breite des Spalts zwischen den Kupferenteilen etwa 150 µm. Dies erlaubt eine thermische Separation der Chips bei gleichzeitig äußerst geringer räumlicher Trennung. Somit kann die Länge der Aluminium-Bonddrähte zwischen beiden Chips kurz gehalten werden, die als parasitäre Induktivität L_{par} des Flusstransformators zwischen Detektionsspulen und SQUID-Einkoppelpulse andernfalls zu einer Verringerung der gemessenen Signalgröße führt (vergleiche Abschnitt 2.4.3).

In vergangenen Messungen wurde festgestellt, dass Vibrationen, die vom Pulsrohrkühler des Verdünnungskryostaten verursacht werden, zu einem signifikanten Rauschbeitrag bei der Messung magnetischer Mikrokalorimeter führen können. Um die Übertragung dieser Vibrationen auf die Finger des Messaufbaus zu dämpfen, ist am Ende jedes Fingers eine Madenschraube angebracht. Die herausstehenden Spitzen der Schrauben werden beim Zusammenbau des Detektor-Moduls in zylindrische Scheiben aus Teflon im Inneren der Bohrungen im Aluminium-Block gedrückt, wodurch die Finger mechanisch stabilisiert und Vibrationen dementsprechend unterdrückt werden. Die Leiterplatte ermöglicht pro Finger die elektrische Kontaktierung von bis zu drei Sensor-SQUIDs so-

¹⁴Hersteller: Keithley Instruments, Tektronix, Inc., Beaverton, USA.

¹⁵Hersteller: Magnetic Shields Limited, Staplehurst, England.

¹⁶Hersteller: Cryoandmore Budzylek GbR, Neuss, Deutschland.

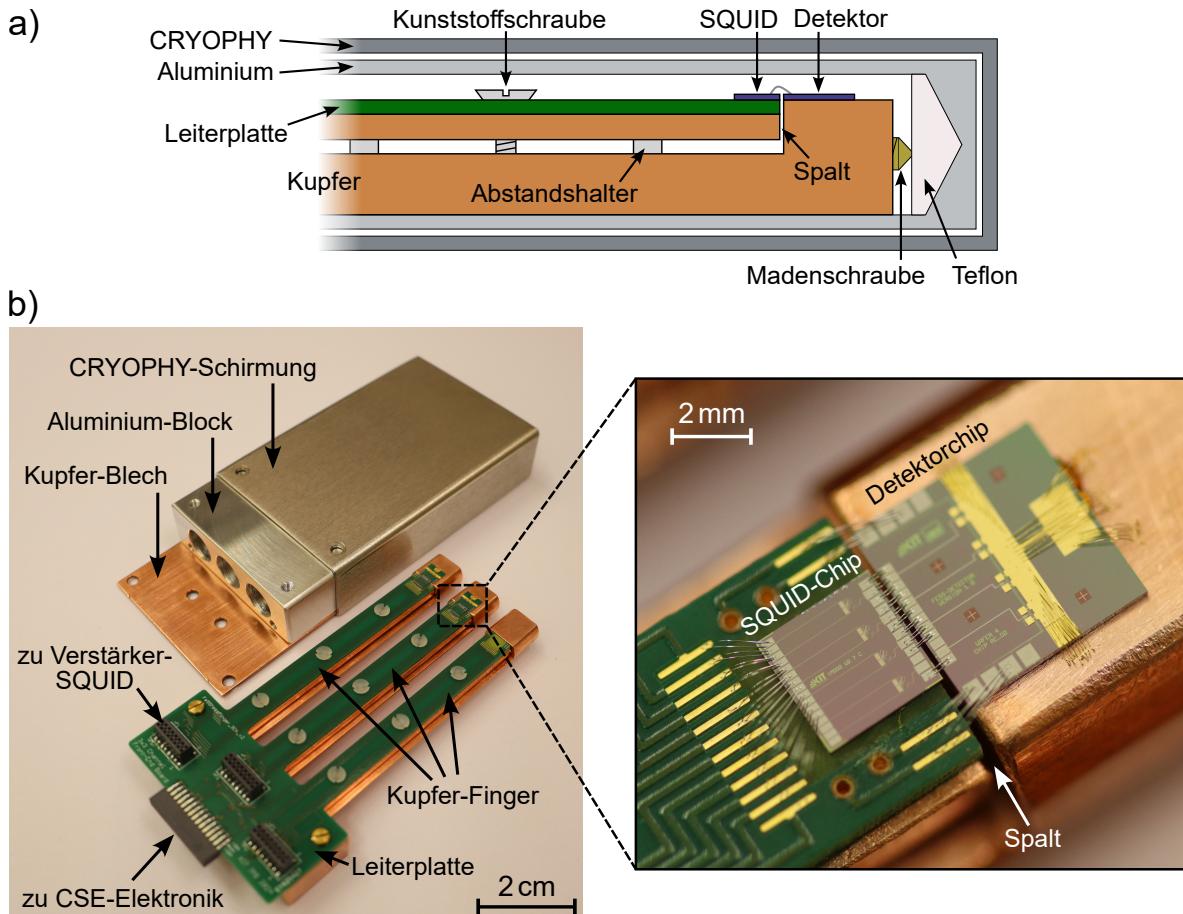


Abbildung 3.6: a) Skizzierter Querschnitt eines Fingers des in dieser Arbeit entwickelten Detektor-Moduls. Detektor- und SQUID-Chip sind thermisch separiert, indem sie über unterschiedliche Kupferenteile mit dem Kryostaten verbunden sind. Der Spalt zwischen den Kupferenteilen beträgt etwa $150\text{ }\mu\text{m}$. b) Fotografie des Detektor-Moduls sowie Nahaufnahme des Bereichs um Detektor- und SQUID-Chip. Die Funktionen der einzelnen Komponenten sind im Text erläutert. Die Bilder stammen von dem in Kapitel 7 beschriebenen ^{55}Fe -Detektorarray.

wie einem Paar von Leitungen für die Präparation eines felderzeugenden Dauerstroms. Über Stecker auf dem vorderen Teil der Leiterplatte wird der Messaufbau, wie in Abbildung 3.5 dargestellt, mit einem Verstärker-SQUID-Modul verbunden.

3.4 Datenaufnahme und -analyse

Wie in Abschnitt 3.3 erwähnt, diente ein Struck SIS3316 Analog-Digital-Wandler (ADC) zur Digitalisierung der Detektorsignale. Dieser besitzt 16 Kanäle, die jeweils eine maximale Abtastrate von 125 MHz und eine Auflösung von 16 bit bieten. Dabei wird eine Überabtastung der Eingangssignale mit Faktoren bis 512 unterstützt. Die Detektorpulse werden mit einem ADC-internen Algorithmus getriggert und von der PAQS-Software ausgelesen, wobei jedes digitalisierte Detektorsignal 16384 Datenpunkte besitzt. Neben

getriggerten Detektorsignalen werden in regelmäßigen Abständen auch Ruhesignale aufgezeichnet, die zur Analyse des Detektorrauschen genutzt werden können.

Im Folgenden werden die Methoden zur Bestimmung der Pulshöhen und zur Pulsformanalyse beschrieben, mit denen aus den digitalisierten Detektorsignalen ein Energiespektrum erstellt wurde. Die Korrektur von Schwankungen der Betriebstemperatur der Detektoren sowie die Energiekalibration stellen dabei essentielle Schritte bei der Datenauswertung dar. Da die hierfür verwendeten Methoden jedoch stark von dem auszuwertenden Datensatz abhängen, werden diese jeweils in den entsprechenden Kapiteln erläutert.

Bestimmung der Pulshöhe durch Höhenanpassung eines Musterpuls

Eine Methode zur Abschätzung der Pulshöhe eines zeitdiskreten, verrauschten Detektorsignals mit den Abtastwerten s_i ist die Anpassung eines (idealerweise) unverrauschten Musterpulses mit den Abtastwerten p_i . Der Musterpuls repräsentiert dabei die typische Pulsform beziehungsweise die Punktantwortfunktion des Detektors und wird über die Mittelung von ausgewählten gemessenen Detektorpulsen berechnet. Der Musterpuls kann mit dem Skalierungsfaktor A und einem Offset A_0 so an ein verrausches Detektorsignal angepasst werden, dass die Summe der quadratischen Abweichungen $\chi^2 = \sum_i (s_i - Ap_i - A_0)^2$ minimiert wird. Nach [Fle98] ergibt sich dabei der Skalierungsfaktor zu

$$A = \frac{\langle sp \rangle - \langle s \rangle \langle p \rangle}{\langle p^2 \rangle - \langle p \rangle^2} \quad (3.2)$$

und der Offset zu

$$A_0 = \frac{\langle s \rangle \langle p^2 \rangle - \langle sp \rangle \langle p \rangle}{\langle p^2 \rangle - \langle p \rangle^2}, \quad (3.3)$$

wobei $\langle \cdot \rangle$ den Mittelwert der jeweiligen Signale im betrachteten Zeitfenster angibt. Der Wert A ist eine Schätzung der Pulshöhe des verrauschten Detektorsignals relativ zur Amplitude des Musterpulses. Die bei dieser Methode effektiv genutzte Bandbreite entspricht den Frequenzanteilen, in denen die Punktantwortfunktion des Detektors groß ist [Fle03].

Pulsformfilter

Die Güte der im vorigen Absatz beschriebenen Anpassung des Musterpulses an einen Detektorpuls kann mit dem sogenannten reduzierten χ^2 -Wert

$$\chi_{\text{red}}^2 = \frac{1}{n-m} \frac{\sum_{i=0}^n (s_i - Ap_i - A_0)^2}{\sigma_s^2} \quad (3.4)$$

quantifiziert werden. Dabei gibt n die Anzahl der Abtastpunkte der Signale und $m = 2$ die Anzahl der freien Parameter bei der Anpassung an. Die Standardabweichung σ_s des Detektorrauschen wird aus Ruhesignalen des jeweiligen Detektors berechnet. Für Detektorsignale, die die gleiche Form wie der Musterpuls aufweisen, ergeben sich Werte von $\chi_{\text{red}}^2 \approx 1$. Deutlich größere χ_{red}^2 -Werte sind hingegen ein Indiz dafür, dass das

betrachtete Detektorsignal eine untypische Form besitzt. In dieser Arbeit wurde dieser Parameter dazu genutzt, um von Störungen überlagerte Detektorsignale zu identifizieren und bei der Erstellung eines Energiespektrums gegebenenfalls zu verwerfen. Dies betrifft insbesondere Pile-Up-Ereignisse, bei denen zwei Detektorpulse in kurzer Zeit aufeinander folgen und einander überlagern.

Bestimmung der Pulshöhe mit optimalem Filter

Eine weitere Methode, um einem verrauschten Detektorpuls eine Amplitude zuzuordnen, verwendet das in Abschnitt 2.5.1 und in [Fle03, McC05] beschriebene optimale Filter. Dafür wird aus den Fourierkomponenten des oben beschriebenen Musterpulses \tilde{p}_i und der spektralen Dichte \tilde{n}_i^2 des aus Ruhesignalen des Detektors gewonnenen Rauschens die Filterfunktion

$$\tilde{g}_i = \left(\sum_i \frac{|\tilde{p}_i|^2}{\tilde{n}_i^2} \right)^{-1} \frac{\tilde{p}_i^*}{\tilde{n}_i^2} \quad (3.5)$$

berechnet. Hierbei bezeichnet \tilde{p}_i^* die komplexe konjugierte der Fourierkomponenten. Die Abschätzung der Pulshöhe eines verrauschten Detektorsignals mit den Fourierkomponenten \tilde{s}_i ergibt sich dann zu $\sum_i \text{Re}(\tilde{g}_i \tilde{s}_i)$. Um jedoch Rechenzeit zu sparen und die Anwesenheit eines Trigger-Jitters zu beachten, werden die Eigenschaften der Fouriertransformation ausgenutzt und die Filterung des Detektorsignals im Zeitbereich durchgeführt [Fle03]. Dazu wird die zeitdiskrete Filterfunktion mit den Werten g_i mithilfe der inversen Fouriertransformation aus den komplexe konjugierten Fourierkomponenten \tilde{g}_i^* berechnet. In Abwesenheit eines Trigger-Jitters ergibt sich die Abschätzung der Pulshöhe relativ zur Pulshöhe des Musterpulses zu

$$A = \sum_i g_i s_i, \quad (3.6)$$

was dem Maximum des gefilterten Signals entspricht, das aus der Faltung der Filterfunktion mit dem Detektorpuls hervorgeht. Die Anwesenheit eines Trigger-Jitters verschiebt das Maximum um eine zufällige Zeitdifferenz Δt im Intervall $[-\Delta t_{\text{samp}}/2, \Delta t_{\text{samp}}/2]$, wobei Δt_{samp} das Abtastintervall des Signals bezeichnet. Um das wahre Maximum zu finden, wird die Faltung an mehreren Stellen

$$A(\delta i) = \sum_i g_{i+\delta i} s_i \quad \text{mit} \quad \delta i = -1, 0, 1 \quad (3.7)$$

durchgeführt [Fle03]. Die gewonnenen Werte definieren eine Parabel, deren Scheitelpunkt dem wahren Maximum und somit der Abschätzung der Pulshöhe des Detektorsignals entspricht. Da im Rahmen dieser Arbeit festgestellt wurde, dass der Trigger-Jitter mit dem verwendeten Analog-Digital-Wandler in einem vergrößerten Intervall liegen kann, wurde die Faltung in dieser Arbeit an den Stellen $\delta i \in [-5, 5]$ ausgewertet. Die Methode des optimalen Filters nutzt im Gegensatz zur oben erläuterten Pulshöhenanpassung mit einem Musterpuls die effektive Bandbreite des Signal-zu-Rausch-Verhältnisses und unterdrückt zudem Frequenzkomponenten, die ein geringes Signal-zu-Rausch-Verhältnis besitzen.

4 Mikrofabrikation freistehender Absorber mit integrierter radioaktiver Quelle

Die Entwicklung des in Kapitel 7 beschriebenen ^{55}Fe -Detektorarrays motivierte im Rahmen dieser Arbeit die Etablierung und Optimierung eines Mikrofabrikationsprozesses für Teilchenabsorber aus Au mit integrierter radioaktiver Quelle. Dabei wird die Quelle in einer 4π -Detektionsgeometrie zwischen zwei Absorberhälften eingebracht, die für das Erreichen einer Detektionseffizienz nahe 100 % eine hinreichende Schichtdicke besitzen. Wie in Kapitel 7 ausführlich erläutert wird, beläuft sich die Dicke einer Absorberhälfte im Falle des ^{55}Fe -Detektorarrays auf 12 μm . Eine weitere Anforderung an den Fabrikationsprozess ist die in Abschnitt 2.2 beschriebene freistehende Absorbergeometrie, die den Verlust athermischer Phononen verringern soll. Außerdem muss eine hohe thermische Leitfähigkeit des Absorbermaterials gewährleistet sein, um eine Positionsabhängigkeit der Signalform zu verhindern.

In dieser Arbeit wurde für die Deposition der Absorberhälften aus Au die Abscheidung mit einem Galvanikprozess gewählt. Im Gegensatz zu Schichten, die mittels eines Sputterverfahrens oder über thermische Verdampfung deponiert werden, besitzen galvanisch abgeschiedene Au-Schichten aufgrund ihres kristallinen Wachstums eine signifikant höhere thermische und elektrische Leitfähigkeit. Ein weiterer entscheidender Vorteil der Galvanik im Vergleich zu den anderen genannten Verfahren ist, insbesondere im Falle von dicken Absorberschichten, eine erhebliche Material- und Kosteneinsparung, da das Schichtwachstum über eine Fotolackmaske auf die gewünschten Bereiche beschränkt werden kann und nur das tatsächlich benötigte Material abgeschieden wird. Neben dem in dieser Arbeit und im Projekt PrimA-LTD entwickelten Detektorarray mit integrierter ^{55}Fe -Quelle, verfolgen die Experimente ECHo [Gas17] und HOLMES [Alp15] für die direkte Bestimmung der Neutrinomasse einen sehr ähnlichen Ansatz. In beiden Experimenten wird das Radionuklid ^{163}Ho mittels Ionen-Implantation in eine galvanisch abgeschiedene untere Absorberhälfte eingebracht. Im Anschluss an die Implantation folgt die Deposition der oberen Absorberhälfte mit einem Sputterverfahren. Um jedoch die oben erläuterten Nachteile bei der Verwendung eines Sputterverfahrens zu umgehen, wird in dem hier entwickelten Fabrikationsprozess erstmalig auch die galvanische Abscheidung der oberen Absorberschicht vorgesehen und umgesetzt.

In den folgenden Abschnitten wird die Prozessentwicklung umfassend erläutert. Hierfür wird zunächst ein Überblick über den vollständigen Prozessablauf für die Herstellung eines Absorbers mit integrierter radioaktiver Quelle gegeben. Anschließend wird die Optimierung der Fotolithografie- und Galvanikprozesse sowie der im Rahmen dieser Ar-

beit entwickelte und hergestellte Galvanikaufbau beschrieben. Abschließend folgt eine Demonstration und Validierung des optimierten Prozessablaufs an hergestellten Absorberstrukturen. Der Großteil dieses Kapitels wurde bereits in einer wissenschaftlichen Fachzeitschrift vorveröffentlicht [Mü24b].

4.1 Überblick über die Prozessführung

In Abbildung 4.1 ist schematisch der vollständige Prozessablauf dargestellt, der im Rahmen dieser Arbeit für die Mikrofabrikation von Absorbern aus Au mit integrierter Quelle entwickelt wurde. Anhand der abgebildeten Teilschritte lässt sich der Prozess grundsätzlich in drei Abschnitte gliedern:

- a) bis f): Galvanische Abscheidung einer unteren Absorberhälfte, die nur durch wenige Stämme unterstützt wird und insgesamt freisteht
- g) bis i): Deposition der radioaktiven Quelle auf beziehungsweise in die untere Absorberhälfte
- j) bis l): Abdecken der deponierten Quelle durch galvanische Abscheidung einer oberen Absorberhälfte

Im Folgenden wird ein Überblick über die einzelnen Fabrikationsschritte gegeben und erläutert, welche Anforderungen sich an die jeweiligen Fotolithografie- und Galvanikprozesse stellen.

Die Fabrikationsschritte für die untere Absorberhälfte entsprechen im Wesentlichen denen, die bei der Herstellung freistehender Röntgenabsorber für magnetische Mikrokalorimeter durchgeführt werden [Fle09]. Auf Unterschiede zu dem hier entwickelten Prozess wird an entsprechender Stelle eingegangen. Der Prozess beginnt mit dem Aufschleudern einer unteren Fotolackschicht auf einen Detektorwafer, auf dem die Fabrikation der Detektoren mit Ausnahme der Teilchenabsorber fertiggestellt ist. Der Fotolack wird so strukturiert, dass die Positionen der Absorberstämme ausgespart sind (siehe Abbildung 4.1a). Die Dicke dieses Fotolacks bestimmt die Höhe der Stämme des Absorbers und beträgt typischerweise einige Mikrometer. Im Anschluss wird der Fotolack über seine Erweichungstemperatur erhitzt, sodass die vertikalen Kanten der Löcher im Fotolack, die im Folgenden als Stammlöcher bezeichnet werden, verrunden (siehe Abbildung 4.1b). Dies ermöglicht die darauffolgende Sputterdeposition einer dünnen Au-Schicht auf den gesamten Wafer, die an den vertikalen Kanten der Stammlöcher nicht unterbrochen ist (siehe Abbildung 4.1c). Die Kontinuität dieser Au-Schicht ist erforderlich, da sie während der Galvanik als Keimschicht dient und die Stammlöcher bei unterbrochener Keimschicht möglicherweise nicht vollständig mit galvanisch abgeschiedenem Au gefüllt werden. Im nächsten Schritt erfolgt das Aufbringen einer oberen Fotolackschicht, durch deren Strukturierung die Flächendimensionen des Absorbers definiert werden (siehe Abbildung 4.1d). Durch Kontaktierung der vorher deponierten Keimschicht mit einem Galvanikaufbau an einem beliebigen Ort auf dem Wafer erfolgt im Anschluss das Auffüllen der strukturierten Mulden durch die galvanische Abschei-

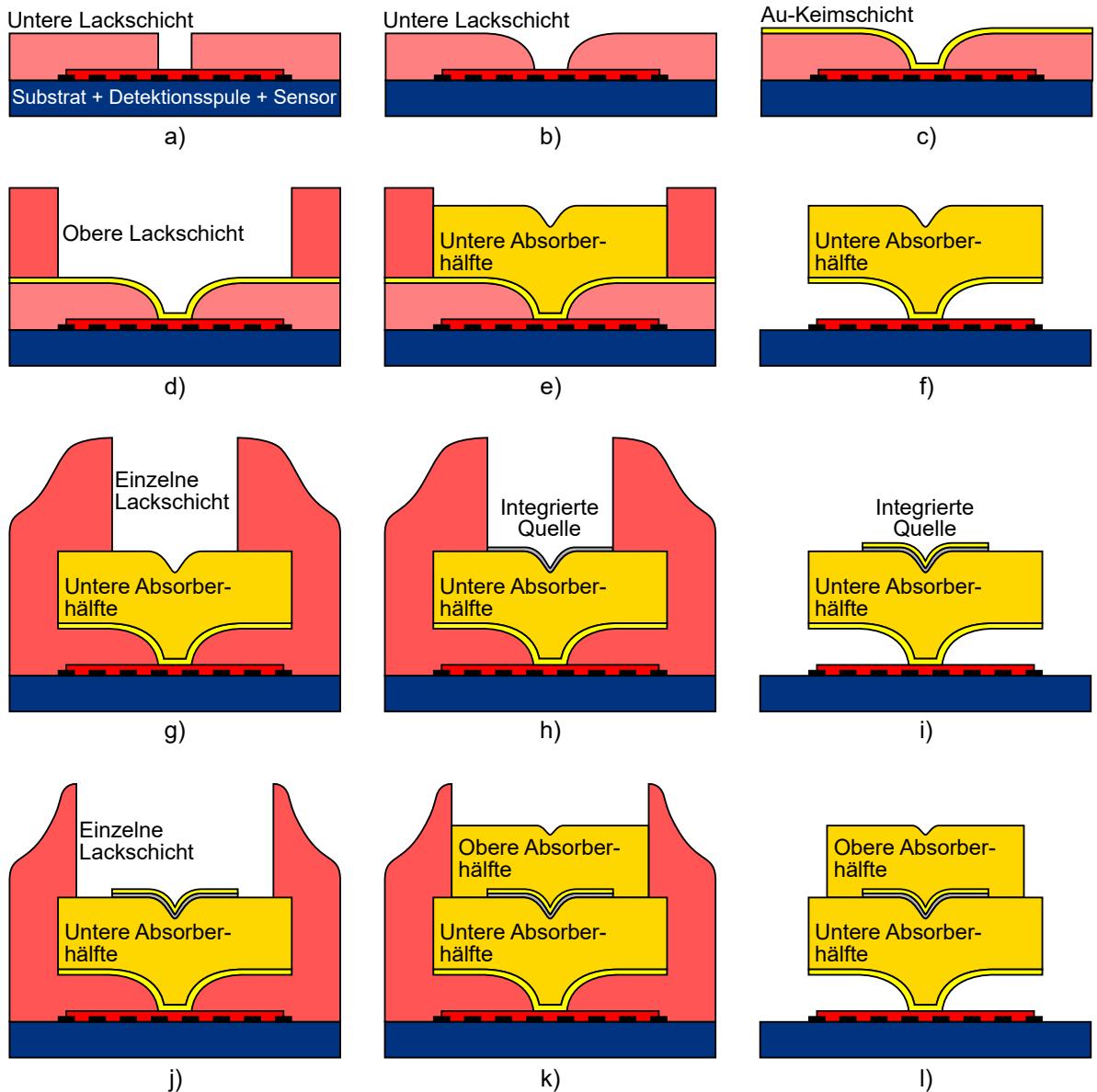


Abbildung 4.1: Schematischer Ablauf des in dieser Arbeit entwickelten Mikrofabrikationsprozesses für Teilchenabsorber aus Au mit integrierter radioaktiver Quelle. Ein Absorber besteht aus einer unteren und einer oberen Absorberhälfte, zwischen denen die Quelle in einer 4π -Detektionsgeometrie eingebracht ist. Abgebildet sind die Zustände nach den folgenden Prozessschritten: **a)** Strukturierung einer unteren Fotolackschicht mit Löchern für die Absorberstämme. **b)** Thermische Erweichung des Fotolacks für verrundete Kanten der Stammlöcher. **c)** Sputterdeposition einer dünnen Au-Keimschicht. **d)** Strukturierung einer oberen Fotolackschicht mit den Dimensionen der unteren Absorberhälfte. **e)** Galvanische Abscheidung der unteren Absorberhälfte. **f)** Freistellen der unteren Absorberhälfte. **g)** Strukturierung einer Fotolackschicht mit den Dimensionen der zu integrierenden Quelle. **h)** Integration der Quelle, z.B. mittels Ionen-Implantation, Tröpfchendeposition oder Elektrodeposition. **i)** Abdecken der Quelle mit einer dünnen Au-Schutzschicht und Entfernen des Fotolacks. **j)** Strukturierung einer Fotolackschicht mit den Dimensionen der oberen Absorberhälfte. **k)** Galvanische Abscheidung der oberen Absorberhälfte. **l)** Freistellen des Absorbers.

dung von Au (siehe Abbildung 4.1e). Für die Fertigstellung der unteren Absorberhälfte werden beide Fotolackschichten sowie die nicht unter dem Absorber befindlichen Bereiche der Keimschicht entfernt und die untere Absorberhälfte dadurch freigestellt (siehe Abbildung 4.1f).

Die maximale Dicke der unteren Absorberhälfte ist durch die Dicke der oberen Fotolackschicht limitiert. Ein Hinauswachsen des galvanisch abgeschiedenen Au über die Oberkante der Fotolackschicht hinaus würde zu einem pilzförmigen Profil des Absorbers und somit zu einer undefinierten Absorberdicke führen. Aus dem gleichen Grund müssen die vertikalen Kanten der oberen Fotolackschicht möglichst steil sein und keine Trapezform aufweisen. Dicke Fotolacke, die diese Anforderungen erfüllen, erfordern eine spezielle Handhabung und typischerweise hohe Prozesstemperaturen. Die Prozessparameter für die Strukturierung der oberen Fotolackschicht sind jedoch aufgrund der Anwesenheit der unteren Fotolackschicht eingeschränkt, da diese in ihrer Form nicht durch die Prozessierung der oberen Fotolackschicht beeinflusst werden darf. Eine der größten Herausforderungen des beschriebenen Prozesses ist daher die sorgfältige Optimierung der Fotolithografieprozesse und des Zusammenspiels der beiden Fotolacke. Die fabrizierte untere Absorberhälfte kann entweder, wie im Folgenden beschrieben, mit einer integrierten Quelle ausgestattet werden oder eigenständig als Teilchenabsorber für Experimente mit externen Strahlungsquellen dienen.

Im Anschluss an die Fabrikation der unteren Absorberhälfte folgt die Deposition der zu integrierenden Quelle. Im Rahmen dieser Arbeit und des Projekts PrimA-LTD erfolgte dieser Schritt mittels Ionen-Implantation des Radionuklids ^{55}Fe . Dabei sei angemerkt, dass der hier vorgestellte Fabrikationsprozess auch mit anderen Methoden der Quellenpräparation kompatibel ist. Dazu zählt zum Beispiel die Tröpfchendeposition einer Lösung, die das Radionuklid enthält [Boc20], sowie die Elektrodeposition des Radionuklids [Loi18a]. Für die Integration der Quelle wird zunächst eine Fotolackschicht auf den Detektorwafer mit fertiggestellter unterer Absorberhälfte aufgebracht. Die Lackschicht wird so strukturiert, dass die zur Quellendeposition bestimmten Bereiche von Fotolack freigelegt und die restlichen Bereiche des Wafers geschützt sind (siehe Abbildung 4.1g). Im Anschluss erfolgt die Deposition der Quelle mit der gewählten Methode der Quellenpräparation auf die untere Absorberhälfte. Nachfolgend wird die deponierte Quelle über einen Sputtervorgang mit einer dünnen Au-Schicht abgedeckt, die die Quelle in den nachfolgenden Prozessschritten schützt. Schließlich wird die Fotolackschicht entfernt und es verbleibt die mit der Au-Schutzschicht bedeckte Quelle auf der freistehenden unteren Absorberhälfte (siehe Abbildung 4.1i).

Für die nachfolgende Deposition der oberen Absorberhälfte wird erneut eine Fotolackschicht auf den Wafer aufgebracht und entsprechend der Flächendimensionen der oberen Absorberhälfte strukturiert (siehe Abbildung 4.1j). Die strukturierten Mulden werden dann mit galvanisch abgeschiedenem Au aufgefüllt (siehe Abbildung 4.1k). Die elektrische Kontaktierung zum Galvanikaufbau erfolgt nicht, wie im Falle der unteren Absorberhälfte, über eine dedizierte Keimschicht, sondern über das chipinterne Wärmebad, das typischerweise über einen metallischen Steg für die Detektor-Thermalisierung mit

jedem Detektorpixel des Wafers verbunden ist. Anschließend wird die Fotolackschicht entfernt und der Absorber freigestellt, womit der Fabrikationsprozess für einen Teilchenabsorber mit integrierter Quelle abgeschlossen ist (siehe Abbildung 4.11). Wie auch bei der Herstellung der unteren Absorberhälfte muss die verwendete Fotolackschicht hinreichend dick sein, um ein pilzförmiges Aufwachsen der Au-Schicht zu verhindern. Die Parameter für die Prozessierung des Fotolacks sind hierbei nicht eingeschränkt, da im Gegensatz zur unteren Absorberhälfte keine zweite Fotolackschicht vorhanden ist. Da die für die Ionen-Implantation der ^{55}Fe -Quelle verfügbare Fläche in dem Massenseparator RISIKO begrenzt ist, erfolgte die Optimierung der Prozessparameter für die Quellendeposition sowie für die Fabrikation der oberen Absorberhälfte in dieser Arbeit auf separierten Chips, wie sie in Abschnitt 7.2 beschrieben sind, anstatt auf einem gesamten Wafer. Insbesondere hinsichtlich der Fotolithografie mit dicken Fotolacken ist die Prozessführung mit kleinen Substraten gegenüber ganzen Wafers erschwert. Es sei angemerkt, dass die Verwendung eines Wafers mit den hier angegebenen Prozessparametern wahrscheinlich zu anderen Ergebnissen führt.

4.2 Optimierung der Fotolackprozesse

Für den in Abbildung 4.1 dargestellten Herstellungsprozess für freistehende Absorber aus Au mit integrierter radioaktiver Quelle wurden in dieser Arbeit zwei komplexe Fotolackprozesse entwickelt. Der erste Prozess erlaubt die Fabrikation der auf wenigen Stämmen freistehenden unteren Absorberhälfte und besteht aus zwei strukturierten Fotolackschichten, zwischen denen sich eine Au-Keimschicht befindet. Der zweite Prozess nutzt eine einzelne Fotolackschicht und wird sowohl für die Quellendeposition als auch für die galvanische Abscheidung der oberen Absorberhälfte verwendet.

Fotolackprozess für die untere Absorberhälfte

Für den ersten Fotolackprozess wurde der Positiv-Fotolack AZ 4533¹ als untere Fotolackschicht gewählt. Nach Aufschleudern dieses Fotolacks mit einer Rotationsgeschwindigkeit von 1900 rpm auf einen 2 Zoll-Wafer und anschließendem Softbake auf einer Heizplatte bei 100 °C für eine Dauer von 3 min besitzt die untere Fotolackschicht eine Dicke von etwa 5 µm. Die belichteten Bereiche der unteren Fotolackschicht befinden sich in dem hier entwickelten Prozess stets über einer für die Galvanik benötigten Au-Schicht. Eine Testreihe ergab eine optimale Belichtungsdosis von 360 mJ/cm² mit dem am Institut verwendeten direktschreibenden Laserlithografen MLA 150 mit einer anschließenden Entwicklungsdauer von etwa 4 min in dem Entwickler AZ 2026 MIF¹. Für die thermische Verrundung der vertikalen Fotolackkanten wird die Fotolackschicht auf einer Heizplatte über ihre Erweichungstemperatur erhitzt. Hierfür erfolgten Tests bei einer Temperatur von 120 °C für Dauern von 60 s und 120 s sowie bei einer Temperatur von 130 °C für eine Dauer von 60 s. Messungen mit einem Dektak XT Stylus Profilometer² zeigten dabei

¹Hersteller: Merck KGaA, Darmstadt, Deutschland. Vertrieb durch: MicroChemicals GmbH, Ulm, Deutschland.

²Hersteller: Bruker Corporation, Massachusetts, USA.

keine signifikante Abhängigkeit der Verrundungsstärke von den genannten Parametern. Daher wurde für diesen Prozessschritt eine Temperatur von 120 °C für eine Dauer von 60 s festgelegt. Die für die Galvanik verwendete Au-Keimschicht mit einer Schichtdicke von etwa 80 nm wird im Anschluss mit einem dc-Magnetron-Sputterverfahren deponiert. Dafür wird der Wafer mit Vakuumfett auf einen Substrathalter aus Kupfer geklebt. Typische Prozessparameter sind ein Ar-Prozessgasdruck von $p_{\text{Ar}} = 5,5 \cdot 10^{-3}$ mbar und eine Sputterleistung von $P_{\text{dc}} = 60$ W, woraus eine Depositionsr率e von $\dot{d}_{\text{Au}} = 0,98$ nm/s resultiert. Während des Sputtervorgangs findet keine aktive Kühlung der Probe statt.

Vor der Prozessoptimierung für die obere Fotolackschicht wurde untersucht, welchen Prozesstemperaturen und -zeiten die untere Fotolackschicht ausgesetzt werden kann, ohne dass diese strukturell beeinflusst wird. Hierfür erfolgte eine Testserie anhand von Proben mit verrundeter unterer Fotolackschicht und darauf aufgebrachter Au-Keimschicht. Das Erhitzen einer solchen Probe auf einer Heizplatte bei einer Temperatur von 85 °C führt bereits nach wenigen Minuten zu einer starken Verformung des unteren Fotolacks, die sich in einer deutlichen Wellenbildung in der Keimschicht äußert. Dies kann beim Freistellen der Absorber zu einer unvollständigen Entfernung der Keimschicht führen und muss daher vermieden werden. Eine Verringerung der Temperatur auf 80 °C ermöglicht Backzeiten von bis zu 45 min, bevor eine Verformung des unteren Fotolacks sichtbar wird. Bei Verwendung eines Trocknungsofens mit einer Temperatur von 80 °C kann die Prozesszeit letztlich auf über 16 h erhöht werden, ohne dass im unteren Fotolack eine Veränderung zu beobachten ist.

Für die obere Fotolackschicht wurde der Positiv-Fotolack AZ 40XT¹ gewählt, der für Schichtdicken zwischen 15 µm und 100 µm geeignet ist. Als chemisch verstärkter Fotolack erreicht dieser im Gegensatz zu gewöhnlichen Positiv-Fotolacken auch bei hohen Schichtdicken und geringen Belichtungsdosen eine hohe Kantensteilheit. Zudem wird eine Rehydrierung der Fotolackschicht nach dem Softbake im Gegensatz zu gewöhnlichen Fotolacken nicht benötigt, die andernfalls mehrere Stunden in Anspruch nehmen würde. Das Aufschleudern der oberen Fotolackschicht erfolgt mit den folgenden Rotationsgeschwindigkeiten: 1500 rpm für 20 s, 0 rpm für 10 s und 7000 rpm für 2 s. Der abschließende Schritt mit hoher Geschwindigkeit verschmälert den Fotolack-Randwall, der aufgrund der Viskosität des Fotolacks andernfalls sehr breit ausfallen und die effektiv nutzbare Fläche auf dem Substrat stark einschränken würde. Die resultierende Dicke der oberen Fotolackschicht beträgt bei den gewählten Schleuderparametern etwa 25 µm. Nach dem Datenblatt des Herstellers beträgt die für den Softbake empfohlene Temperatur 125 °C, die jedoch aufgrund der unteren Fotolackschicht nicht anwendbar ist. Wie oben beschrieben, wurde daher ein Trocknungsofen mit einer Temperatur von 80 °C für eine Dauer von 16 h verwendet. Um die Lösemittelkonzentration der oberen Fotolackschicht in Substratnähe zu verringern, wurde vor dem eigentlichen Softbake außerdem ein Trocknungsschritt bei Raumtemperatur für etwa 3 h eingeführt. Hierbei wurde eine Verbesserung der Lackhaftung sowie eine Verringerung des Dunkelabtrags des Fotolacks in Substratnähe festgestellt. Nach dem Softbake erfolgt die Belichtung in dem Laserlithografen MLA 150 mit einer Belichtungsdosis von 1400 mJ/cm² und einer Defokussierung von +10. Bei einfacher Belichtung stellte sich heraus, dass nach der

darauffolgenden Entwicklung Überreste des Fotolacks in den Vertiefungen der Absorberstämme verbleiben. Der Grund hierfür ist, dass die Dicke der oberen Fotolackschicht im Bereich der Stämme effektiv um die Dicke des unteren Fotolacks, das heißt um 5 µm, erhöht ist. Um die dort tieferliegenden Fotolackbereiche ebenfalls mit ausreichend hoher Dosis zu belichten, wurde ein Doppelbelichtungsschritt eingeführt. Dabei erfolgt nach der ersten Belichtung ein zweiter Belichtungsschritt im Bereich der Absorberstämme mit einer Dosis von 300 mJ/cm² und einer Defokussierung von 0. Im Anschluss folgt ein Post-Exposure-Bake auf einer Heizplatte bei einer Temperatur von 80 °C für eine Dauer von 8 min sowie die Entwicklung des Fotolacks unter Verwendung des Entwicklers AZ 2026 MIF. Abschließend wird auf einer Heizplatte bei einer Temperatur von 60 °C für eine Dauer von 20 min ein Hardbake durchgeführt, der die Lösemittelkonzentration in der oberen Fotolackschicht weiter herabsetzt.

Im Zuge von Galvaniktests wurde festgestellt, dass Fotolackschichten mit geringem Wassergehalt aufquellen, wenn sie in eine beheizte Flüssigkeit eingebracht werden. Da der Fotolack insbesondere nach dem oben erwähnten Hardbake einen sehr geringen Wassergehalt aufweist, kann dieser Umstand bei der nachfolgenden galvanischen Abscheidung der Absorber zu einer Deformierung der Fotolackstrukturen führen und den Elektrolyten mit aus dem Fotolack herausgelösten Stoffen kontaminieren. Aus diesem Grund wurde vor Beginn der Galvanik ein Hydrierungsschritt eingeführt, bei dem die Probe für eine Dauer von mindestens 12 h in einem geschlossenen Behälter mit einer Luftfeuchtigkeit von mindestens 90 % gelagert wird. Dies ermöglicht unabhängig von den Luftfeuchtigkeitsbedingungen des Reinraums einen äußerst reproduzierbaren Prozess. Unmittelbar nach dem Hydrierungsschritt wird die Probe in den Elektrolyten eingetaucht und der in Abschnitt 4.3 beschriebene Galvanikprozess durchgeführt.

Fotolackprozess für die Quellenpräparation und die obere Absorberhälfte

Für den zweiten Fotolackprozess, der bei der Quellenpräparation und der Deposition der oberen Absorberhälfte zur Anwendung kommt, wird eine einzelne Fotolackschicht des Fotolacks AZ 40XT verwendet. Nach dem Aufschleudern auf die Probe wird die Fotolackschicht ebenfalls zunächst in einem Trocknungsschritt bei Raumtemperatur für eine Dauer von etwa 3 h getrocknet. Dies verhindert beim anschließenden Softbake die Entstehung von Blasen nahe den bereits fabrizierten unteren Absorberhälften, in deren Umgebung die Fotolackschicht hohe Dicken annimmt. Da in dem hier beschriebenen Fotolackprozess keine untere Fotolackschicht vorhanden ist, kann die Prozessierung nach den Empfehlungen des Herstellers durchgeführt werden. Diese beinhalten den Softbake auf einer Proximity-Heizplatte bei einer Temperatur von 125 °C in folgenden Schritten: 1,5 mm für 5 min, 0,5 mm für 5 min und Kontakt für 3 min. Nach der Belichtung der Fotolackschicht in dem Laserlithografen MLA 150 mit einer Dosis von 1400 mJ/cm² sowie einer Defokussierung von 0 erfolgt ein Post-Exposure-Bake auf einer Proximity-Heizplatte bei einer Temperatur von 105 °C in folgenden Schritten: 1,5 mm für 10 s, 0,5 mm für 10 s und Kontakt für 80 s. Nach Entwicklung in dem Entwickler AZ 2026 MIF kann die Quellenpräparation auf die untere Absorberhälfte durchgeführt werden. Wird der Fotolackprozess für die galvanische Abscheidung der oberen Absorberhälfte verwen-

det, so erfolgt zunächst ein Hardbake bei einer Temperatur von 60 °C für eine Dauer von 20 min sowie der oben erläuterte Hydrierungsschritt.

4.3 Galvanikaufbau für die Deposition hochreiner Goldschichten

Der für die galvanische Abscheidung der Absorberschichten aus Au verwendete Galvanikaufbau wurde im Rahmen dieser Arbeit entworfen und hergestellt. Ein wichtiger Aspekt beim Entwurf des Aufbaus war die Auswahl der Materialien, die direkten Kontakt mit dem Elektrolyten haben. Wird der Elektrolyt während der Handhabung oder durch den Galvanikaufbau mit Fremdstoffen oder Fremdmetallen kontaminiert, so kann dies direkten Einfluss auf die Reinheit der deponierten Au-Schicht haben, der sich in niedrigen thermischen und elektrischen Leitfähigkeiten und damit in einem verringerten Restwiderstandsverhältnis äußert. In direktem Kontakt mit dem Elektrolyten wurden daher nur die nicht-metallischen und chemisch inerten Materialien Polytetrafluorethylen (PTFE), Polyamid (PA) sowie DURAN³-Glas verwendet. Für die Galvanik diente im Rahmen dieser Arbeit der Elektrolyt TECHNI GOLD 25 ES⁴.

In Abbildung 4.2 ist eine Fotografie des hergestellten Galvanikaufbaus sowie zwei gerenderte Nahaufnahmen dargestellt. Für die Deposition einer Au-Schicht wird eine Probe mit einem Durchmesser von bis zu 2 Zoll auf einen Probenhalter aus PTFE aufgebracht und über sogenannte Kontaktstäbe fixiert sowie elektrisch mit dem Galvanikaufbau kontaktiert. Ein Kontaktstab besteht aus einem hohlen, L-förmigen PTFE-Stab, in dessen Inneren ein Cu-Draht verläuft. Der Cu-Draht ist am oberen Ende des Kontaktstabs zur elektrischen Kontaktierung mit der Stromquelle des Galvanikaufbaus mit einer Metallklemme verbunden. Am unteren Ende des Kontaktstabs ist der Cu-Draht mit einem Au-Draht verlötet, der in eine kleine Bohrung am Boden des Kontaktstabs gepresst ist und somit einen Kontaktpunkt zur Probe bildet. Die Bohrung im Kontaktstab ist durch den eingepressten Au-Draht gedichtet, wodurch der Kontakt des Elektrolyten mit dem Cu-Draht verhindert wird. Der Probenhalter mit Wafer und Kontaktstäben passt gemeinsam mit einer Mindestmenge von etwa 200 mL des Elektrolyten in ein DURAN-Becherglas mit einem Fassungsvermögen von 1 L. Das Becherglas wird mit einem PTFE-Deckel abgedeckt, der das Entweichen des verdampfenden Elektrolyten während der Galvanik verhindert. An dem Deckel ist eine platinierter Titananode⁵ befestigt, deren quadratisches Streckgitter in den Elektrolyten ragt und sich in einem Abstand von etwa 1 cm parallel zur Probe befindet. Das Becherglas wird über eine Kunststoffvorrichtung in ein Wasserbad eingehängt, das mit einem Umlaufthermostat CORIO C-BT9⁶ temperiert werden kann. Durch den Deckel des Becherglases kann eine

³Hersteller: DWK Life Sciences GmbH, Wertheim/Main, Germany. Vertrieb durch: häberle Labortechnik GmbH & Co.KG, Lonsee-Ettlenschieß, Deutschland.

⁴Hersteller: Technic France, Saint-Denis, Frankreich.

⁵Hersteller: Metakem GmbH, Usingen, Deutschland.

⁶Hersteller: JULABO GmbH, Seelbach, Deutschland.

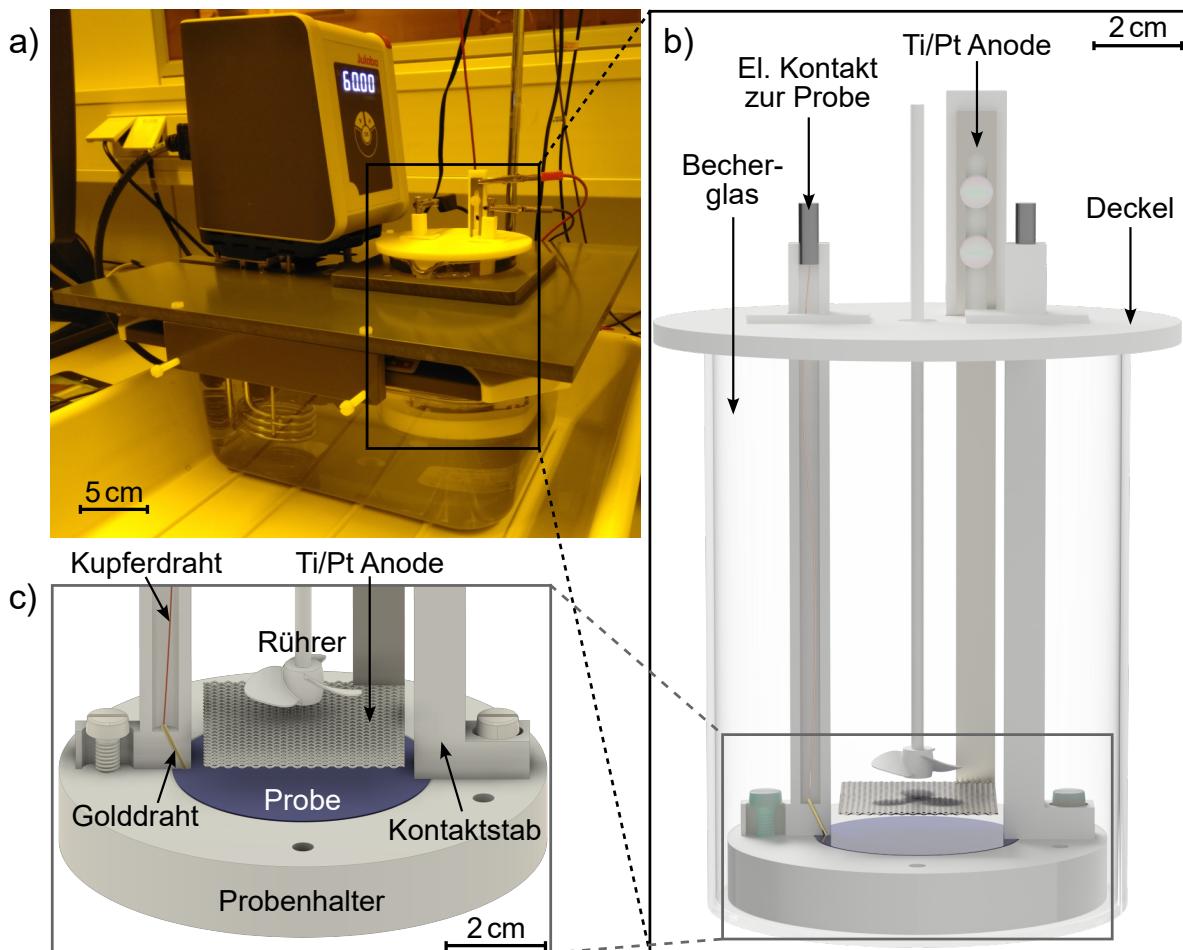


Abbildung 4.2: a) Fotografie des in dieser Arbeit entwickelten Aufbaus für die galvanische Abscheidung von Au. Das Becherglas mit den Hauptkomponenten des Aufbaus ist über eine Kunststoffvorrichtung in ein temperiertes Wasserbad eingehängt. b) Gerenderte Nahaufnahme des Becherglases, das mit einem Deckel abgedeckt ist. Oberhalb des Deckels kann eine Stromquelle mit den Kontaktstäben und der Anode verbunden werden. c) Gerenderte Nahaufnahme des Probenhalters. Die Probe ist mit zwei Kontaktstäben fixiert und elektrisch mit dem Galvanikaufbau verbunden. Die platierte Titananode ist in einem Abstand von etwa 1 cm parallel zur Probe angebracht. Ein Rührer über der Anode ermöglicht das Erzeugen einer axialen Strömung von unten nach oben.

Rührwelle⁷ geführt werden, die in dem Elektrolyten eine axiale Strömung von unten nach oben erzeugt. Der Rührer wird von einem Rührwerk⁸ angetrieben, das an einem separaten Stativ montiert ist. Für den Depositionsprozess wird eine Stromquelle vom Typ 6221⁹ über Krokodilklemmen mit den Kontaktstäben und der Anode verbunden.

⁷Hersteller: Bohlender GmbH, Grünsfeld, Deutschland. Der Rührer besitzt die Herstellerbezeichnung „Mini-Propeller-Rührwelle“.

⁸Hersteller: IKA-Werke GmbH & Co. KG, Staufen, Deutschland. Das Rührwerk besitzt die Herstellerbezeichnung „NANOSTAR 7.5 digital“.

⁹Hersteller: Keithley Instruments, Tektronix, Inc., Beaverton, USA.

Im Folgenden wird der typische Prozessablauf für die galvanische Abscheidung einer Au-Schicht beschrieben. Zunächst wird die benötigte Menge des Elektrolyten unter Verwendung einer Saugflasche und einer Cellulosenitrat-Filtermembran gefiltert, um Partikel des vorangegangenen Galvanikprozesses zu entfernen. Anschließend wird die Probe, je nach Größe, mit einem oder zwei Kontaktstäben auf dem Probenhalter fixiert und gemeinsam mit dem Elektrolyten in das Becherglas eingebracht. Das Becherglas wird im nächsten Schritt in das auf die Prozesstemperatur von 60 °C temperierte Wasserbad montiert. Während der Aufbau auf die Prozesstemperatur aufgeheizt wird, erfolgt das Rühren des Elektrolyten mit einer Geschwindigkeit von 600 rpm für eine Dauer von 20 min. So werden Luftblasen, die sich beim Eingießen des Elektrolyten gebildet haben, von der Probe entfernt. Im nächsten Schritt wird der Deckel mit Anode auf dem Becherglas platziert, die Stromquelle mit dem Aufbau verbunden und der Prozess gestartet. Während der Prozesszeit erfolgt kein Rühren des Elektrolyten. Nach Abschluss der Deposition wird der Elektrolyt zurück in eine Glasflasche gefüllt und der Galvanikaufbau sorgfältig mit Reinstwasser abgespült und mit Druckluft getrocknet.

4.4 Eigenschaften galvanisch abgeschiedener Goldschichten

Der bei einem Galvanikprozess der Dauer t zwischen den Elektroden fließende Strom I_{galv} bestimmt die auf einer Probe deponierte Masse m der Au-Schicht. Dies geht aus dem Faraday'schen Gesetz hervor:

$$m = \frac{MtI_{\text{galv}}}{zF}. \quad (4.1)$$

Hier bezeichnet $M = 197 \text{ g/mol}$ die molare Masse von Au, $z = 1$ die Ladungszahl der im Elektrolyt vorliegenden Au-Ionen und $F = 96\,485 \text{ C/mol}$ die Faraday-Konstante. Wird ein gleichmäßiges Wachstum der Au-Schicht auf der Probenfläche A angenommen, so ergibt sich die Depositionsräte zu

$$\dot{d} = j_{\text{galv}} \frac{M}{\rho z F} \quad \text{mit} \quad j_{\text{galv}} = \frac{I_{\text{galv}}}{A} \quad . \quad (4.2)$$

Dabei bezeichnet $\rho = 19,3 \text{ g/cm}^3$ die Dichte von Au. Hieraus geht hervor, dass die Verwendung einer konstanten Stromdichte j_{galv} unabhängig von der Probenfläche eine bestimmte Depositionsräte ergibt. Daher wird die folgende Diskussion der Schichtegenschaften in Abhängigkeit der Stromdichte j_{galv} geführt, die sich aus dem Strom I_{galv} und der Probenfläche A beim jeweiligen Galvanikprozess ergibt.

Die in dieser Arbeit durchgeführten Galvanikprozesse lassen sich in zwei Kategorien einteilen: Die Konstantstrom-Deposition und die Pulsstrom-Deposition. Im Falle der Konstantstrom-Deposition wird für die Gesamtdauer t des Prozesses eine konstante Stromdichte j_{dc} verwendet. Im Falle der Pulsstrom-Deposition wird periodisch die Stromdichte j_{on} an- und ausgeschaltet, wobei t_{on} die An-Dauer und t_{off} die Aus-Dauer

einer Periode bezeichnet. Für diesen Zweck wird der Rechtecksignal-Generator der Keithley 6221 Stromquelle verwendet. Konstantstrom- und Pulssstrom-Depositionen können anhand der mittleren Stromdichte $j_{\text{galv}} = j_{\text{on}}[t_{\text{on}}/(t_{\text{on}} + t_{\text{off}})] \hat{=} j_{\text{dc}}$ miteinander verglichen werden.

Die Optimierung der Prozessparameter für die galvanische Abscheidung von Au zielte auf eine hohe örtliche Schichtdickenhomogenität sowie auf eine hohe thermische Leitfähigkeit, beziehungsweise auf ein damit verbundenes hohes Restwiderstandsverhältnis der deponierten Au-Strukturen ab. Eine hohe Schichtdickenhomogenität der Teilchenabsorber ist erforderlich, um eine Positionsabhängigkeit der Detektionseffizienz auf der Absorberfläche zu vermeiden und eine einheitliche Detektionseffizienz für alle gleichzeitig fabrizierten Absorber zu erhalten. Eine hohe thermische Leitfähigkeit des Teilchenabsorbers wird wiederum benötigt, um eine Positionsabhängigkeit der Signalform zu unterdrücken (vergleiche Abschnitt 2.2). Die für die Charakterisierung und Optimierung des Galvanikprozesses durchgeführten Testserien werden im Folgenden beschrieben.

Homogenität der Au-Schichtdicke

Die Charakterisierung der Schichtdickenhomogenität erfolgte anhand von fünf Proben. Hierbei wurden rechteckige Leiterbahnen aus Au mit einer Breite von $b = 200 \mu\text{m}$ unter Verwendung von mittleren Stromdichten j_{galv} zwischen $0,30 \text{ mA/cm}^2$ und $1,78 \text{ mA/cm}^2$ deponiert. Die Variation der mittleren Stromdichte j_{galv} erfolgte dabei durch Variation der Aus-Dauer t_{off} bei festgelegter An-Dauer $t_{\text{on}} = 10 \text{ ms}$ und mit der Stromdichte $j_{\text{on}} = 1,78 \text{ mA/cm}^2$.

Die in Abbildung 4.3a) dargestellten, normierten Höhenprofile der Leiterbahnen wurden mit einem Dektak XT Stylus Profilometer gemessen. Es ist zu erkennen, dass die Schichtdickenhomogenität stark von der verwendeten mittleren Stromdichte j_{galv} abhängt. Im Falle der mittleren Stromdichte $j_{\text{galv}} = 1,78 \text{ mA/cm}^2$ variiert die gemessene Schichtdicke über die Breite der Struktur um etwa 35 % und besitzt eine charakteristische U-Form. Der Grund für diese Inhomogenität ist eine geringe Au-Konzentration (Verarmung) in dem substratnahen Elektrolyten, die aus einer unzureichenden Rediffusion von Au-Ionen resultiert. Die Asymmetrie der U-Form kommt vermutlich durch eine asymmetrische Verarmung des Elektrolyten an der gemessenen Struktur aufgrund von Nachbarstrukturen zustande. Durch Verringerung der mittleren Stromdichte j_{galv} wird eine deutliche Verbesserung der Schichtdickenhomogenität erreicht, da die verringerte Depositionsraten eine hinreichende Diffusion von Au-Ionen an die Struktur zulässt und somit zu einer weniger starken Verarmung des Elektrolyten führt. Mit der mittleren Stromdichte $j_{\text{galv}} = 0,30 \text{ mA/cm}^2$ wird eine konstante Schichtdicke auf der vollen Breite der Struktur und damit eine exzellente Homogenität erreicht. Dabei wurde kein signifikanter Unterschied zwischen einer Konstantstrom- und einer Pulssstrom-Deposition festgestellt. Es sei angemerkt, dass die Verwendung einer mittleren Stromdichte von $j_{\text{galv}} = 0,30 \text{ mA/cm}^2$ für die Deposition einer $12 \mu\text{m}$ dicken Au-Schicht nach Gleichung 4.2 zu einer verhältnismäßig langen Prozesszeit von etwa $10,5 \text{ h}$ führt.

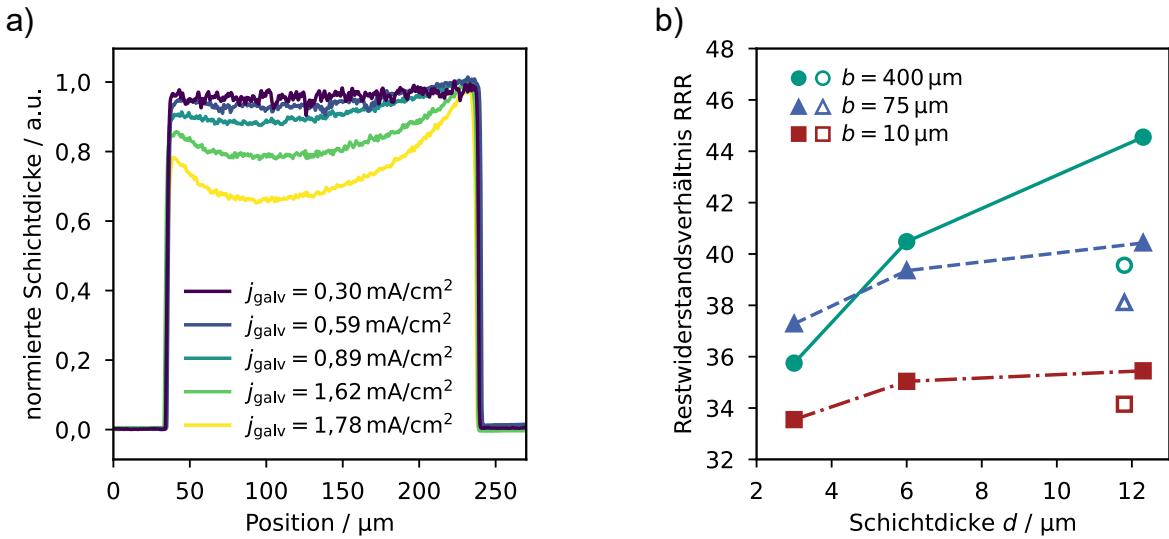


Abbildung 4.3: a) Gemessene Höhenprofile von Leiterbahnen aus Au mit einer Breite von $b = 200 \mu\text{m}$, die unter Verwendung verschiedener mittlerer Stromdichten j_{galv} galvanisch abgeschieden wurden. Die Variation der mittleren Stromdichte j_{galv} erfolgte durch Variation der Aus-Dauer t_{off} bei festgelegter An-Dauer $t_{on} = 10 \text{ ms}$ und der Stromdichte $j_{on} = 1,78 \text{ mA/cm}^2$. b) Gemessene Restwiderstandsverhältnisse RRR gerader, galvanisch abgeschiedener Leiterbahnen aus Au für verschiedene Schichtdicken d und Bahnbreiten b . Die Bahnen wurden mit Konstantstrom (leere Symbole) oder mit Pulsstrom (gefüllte Symbole) deponiert. Für alle Proben wurde eine mittlere Stromdichte von $j_{galv} = 0,30 \text{ mA/cm}^2$ verwendet. Die eingezeichneten Linien dienen der Veranschaulichung.

Thermische Leitfähigkeit der Au-Schichten

Für die Charakterisierung der thermischen Leitfähigkeit wurde das Restwiderstandsverhältnis RRR des galvanisch abgeschiedenen Au als qualitatives Kriterium verwendet (vergleiche Abschnitt 2.2). In einer Testserie wurden mehrere Proben mit geraden Leiterbahnen verschiedener Breiten b von $10 \mu\text{m}$, $75 \mu\text{m}$ und $400 \mu\text{m}$ hergestellt. Jede Probe besitzt dabei eine unterschiedliche Schichtdicke d zwischen $3 \mu\text{m}$ und $12 \mu\text{m}$. Als Keimschicht für die Galvanik diente jeweils eine etwa 100 nm dicke, gesputterte Au-Schicht. Aufgrund der im vorigen Abschnitt beschriebenen, exzellenten Schichtdickenhomogenität wurde für die Deposition aller Proben eine mittlere Stromdichte von $j_{galv} = 0,30 \text{ mA/cm}^2$ verwendet. Dabei wurden die Proben entweder mit Konstantstrom oder mit Pulsstrom abgeschieden. Für alle Prozesse wurde derselbe Elektrolyt wiederverwendet. Für die Strukturierung der Leiterbahnen wurde der in Abschnitt 4.2 beschriebene Lithografieprozess mit dem Fotolack AZ 40XT verwendet.

In Abbildung 4.3b) sind die gemessenen Restwiderstandsverhältnisse der Leiterbahnen dargestellt. Es ist zu erkennen, dass die Dimensionen der Bahn Einfluss auf das Restwiderstandsverhältnis haben. Hierbei besitzt die Bahn mit einer Schichtdicke von etwa $d = 12 \mu\text{m}$ und einer Breite von $b = 400 \mu\text{m}$ ein Restwiderstandsverhältnis von etwa $RRR = 44$. Mit kleiner werdenden Dimensionen nimmt das Restwiderstandsverhältnis

geringfügig ab. So besitzt die Bahn mit einer Schichtdicke von etwa $d = 3 \mu\text{m}$ und einer Breite von $b = 10 \mu\text{m}$ ein Restwiderstandsverhältnis von $\text{RRR} = 34$. Dabei sei angemerkt, dass durch eine gemischte Reihenfolge der Probenherstellung ausgeschlossen wurde, dass die Verringerung des Restwiderstandsverhältnisses die Folge eines Alterungseffekts des Elektrolyten ist. Außerdem geht aus den Daten hervor, dass mittels Pulssstrom deponierte Bahnen ein höheres Restwiderstandsverhältnis aufweisen als mittels Konstantstrom deponierte Bahnen ähnlicher Dimensionen. Ungeachtet dessen besitzen alle Proben ein hervorragendes Restwiderstandsverhältnis, das höher als typische [Fle09, Fri16] und in der Größenordnung der höchsten [Bro08, Yag23] in der Literatur angegebenen Werte liegt. Unter Verwendung einer Pulssstrom-Deposition mit den Parametern $t_{\text{on}} = 10 \text{ ms}$, $t_{\text{off}} = 50 \text{ ms}$ und $j_{\text{galv}} = 0,30 \text{ mA/cm}^2$ wird daher von einem Restwiderstandsverhältnis RRR der fabrizierten Teilchenabsorber zwischen 40 und 45 ausgegangen.

4.5 Freistellen der Absorberstrukturen

Wie in Abschnitt 4.1 erläutert, folgt nach der galvanischen Abscheidung der unteren Absorberhälfte das Freistellen der Absorberstruktur (siehe Abbildung 4.1f). Hierbei werden die obere Fotolackschicht, die Au-Keimschicht und die untere Fotolackschicht nacheinander entfernt. Unmittelbar nach dem Galvanikprozess wird die Probe dafür zunächst für einige Minuten mit Reinstwasser gespült, um jegliche Rückstände des Elektrolyten von ihrer Oberfläche zu entfernen. Nachfolgend wird die Probe nicht getrocknet, da das schnelle Entweichen des Wassergehalts aus dem Fotolack zu Rissen in der oberen Fotolackschicht führt. Durch diese Risse und Verspannungen des Fotolacks kann die darunterliegende Keimschicht beschädigt und die nachfolgenden Prozessschritte deutlich erschwert werden. Stattdessen wird die Probe nass in ein organisches Lösemittel umgesetzt, um die obere Fotolackschicht vollständig zu lösen. Unter Verwendung von Dimethylformamid (DMF) genügt dafür eine Dauer von 1 min, ohne dass die untere Fotolackschicht dadurch beeinflusst wird. Sollte für diesen Schritt als Alternative Aceton verwendet werden, so müssen zwingend jegliche Rückstände des Elektrolyten entfernt werden. Andernfalls kommt es aufgrund einer Wechselwirkung zwischen den Chemikalien zu einer Flockung, die die Probe stark verunreinigen kann. Nach Trocknung der Probe wird im darauffolgenden Schritt die Au-Keimschicht unter Verwendung einer verdünnten Iod-Kaliumiodid-Lösung¹⁰ für eine Dauer von bis zu 15 min nassgeätzt und anschließend mit Reinstwasser abgespült und getrocknet. Die untere Fotolackschicht wird im Anschluss entfernt, indem die Probe für eine Dauer von mindestens 1 h in ein Acetonbad gelegt wird. Untersuchungen zeigten, dass nach dem Nassätzen der Keimschicht stets eine wenige Nanometer dünne, aber dennoch leitfähige Restschicht zurückbleibt. Die vollständige Entfernung dieser Schicht ist wichtig, da diese andernfalls die Absorber benachbarter Detektorpixel untereinander und gegebenenfalls mit dem Wärmebad

¹⁰Die Ätzlösung besteht aus einer Iod-Kaliumiodid-Lösung ($\text{KJ}:\text{J}_2:\text{H}_2\text{O}$) mit den Gewichtsverhältnissen 4:1:40, die mit Wasser und Isopropanol in den Gewichtsverhältnissen 1:6:1,11 ($(\text{KJ}:\text{J}_2:\text{H}_2\text{O}):\text{H}_2\text{O}:\text{Isopropanol}$) verdünnt ist.

verbinden würde. Daher wird das Acetonbad mit Probe für 30 s in ein Megaschallbad¹¹ eingebracht. Durch den Megaschall wird die Restschicht von den galvanisch abgeschiedenen Strukturen abgetrennt und somit von der Probe gelöst. Schließlich wird die Probe in zwei Isopropanolbädern geschwenkt und anschließend an der Luft getrocknet. Das Freistellen der Absorber nach der Quellendeposition (siehe Abbildung 4.1i) und nach der galvanischen Abscheidung der oberen Absorberhälfte (siehe Abbildung 4.1l) erfolgt alleine durch das Entfernen der jeweiligen Fotolackschicht in einem organischen Lösemittel.

4.6 Demonstration des gesamten Fabrikationsprozesses

Der in diesem Kapitel beschriebene Prozess für die Mikrofabrikation von Teilchenabsorbern mit integrierter Quelle wurde vor der Herstellung des in Kapitel 7 beschriebenen ⁵⁵Fe-Detektorarrays auf einem Testwafer demonstriert. Dabei diente eine auf den Testwafer per Sputterverfahren deponierte, 100 nm dicke Au-Schicht als Imitation des Temperatursensors eines magnetischen Mikrokalorimeters und eines chipinternen Wärmebads. In Abbildung 4.4 ist eine kolorierte REM¹²-Aufnahme eines so fabrizierten Absorbers dargestellt. Der Absorber besteht aus einer etwa 11,1 µm dicken unteren Ab-

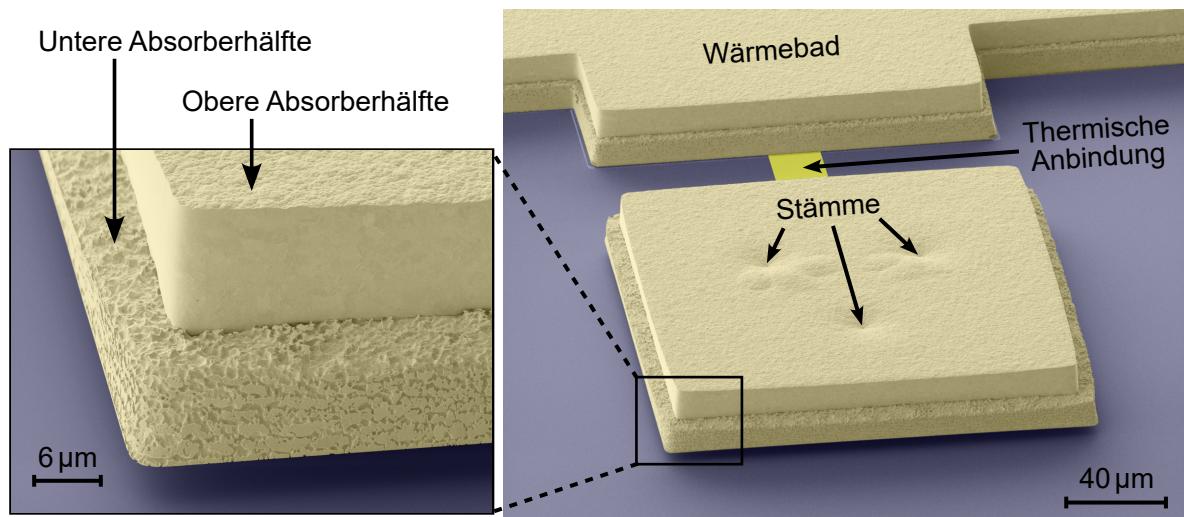


Abbildung 4.4: Kolorierte REM-Aufnahme eines freistehenden Teilchenabsorbers aus Au, der aus zwei separat deponierten Absorberhälften besteht. Die untere Absorberhälfte besitzt eine Schichtdicke von 11,1 µm und die obere Absorberhälfte eine Schichtdicke von 12,6 µm. Diese Demonstration des in dieser Arbeit entwickelten Fabrikationsprozesses fand auf einem Testwafer unter Abwesenheit der anderen Komponenten eines magnetischen Mikrokalorimeters statt.

¹¹Hersteller: SONOSYS Ultraschallsysteme GmbH, Neuenbürg, Deutschland.

¹²Abkürzung für Rasterelektronenmikroskop

sorberhälfte, die auf drei Stämmen mit einem Durchmesser von jeweils $15\text{ }\mu\text{m}$ freisteht, wie an dem Schatten unterhalb des Absorbers zu erkennen ist. Die rauere Oberfläche der unteren Absorberhälfte entsteht aufgrund des im vorigen Abschnitt beschriebenen Nassätzprozesses zum Entfernen der Keimschicht. Auf die untere Absorberhälfte wurde eine obere Absorberhälfte mit einer Dicke von etwa $12,6\text{ }\mu\text{m}$ deponiert. Für diese Demonstration wurde keine Quelle zwischen die beiden Absorberschichten eingebracht. Es ist zu erkennen, dass der Absorber eine hervorragende Schichtdickenhomogenität aufweist. Dies ermöglicht die bei der Optimierung des Fabrikationsprozesses angestrebte homogene Detektionseffizienz auf der gesamten Absorberfläche. Die freistehende Geometrie und die in Abschnitt 4.4 beschriebene, exzellente thermische Leitfähigkeit des Absorbers legen den Grundstein für die hochauflösende Spektrometrie in der in Kapitel 7 beschriebenen Messung des Radionuklids ^{55}Fe und für zukünftige Messungen in der Radionuklidmetrologie.

Wie oben bereits angemerkt, kann der in dieser Arbeit entwickelte Prozess auch für die Fabrikation von einschichtigen, freistehenden Teilchenabsorbern genutzt werden. In Abbildung 4.5 ist eine kolorierte REM-Aufnahme eines so hergestellten Absorberarrays dargestellt, wie es zum Beispiel für die Röntgenspektroskopie eingesetzt werden kann. Es besteht aus 64 Teilchenabsorbern, die jeweils eine Schichtdicke von $3\text{ }\mu\text{m}$ und eine quadratische Fläche mit der Kantenlänge $250\text{ }\mu\text{m}$ besitzen. Jeder Absorber steht auf drei Stämmen mit einem Durchmesser von jeweils $5\text{ }\mu\text{m}$. Der Abstand zwischen den einzelnen Absorbern beträgt lediglich etwa $2\text{ }\mu\text{m}$ und ermöglicht so einen sehr hohen Füllfaktor des Absorberarrays. Dieses Absorberarray wurde unter Verwendung des Fo-

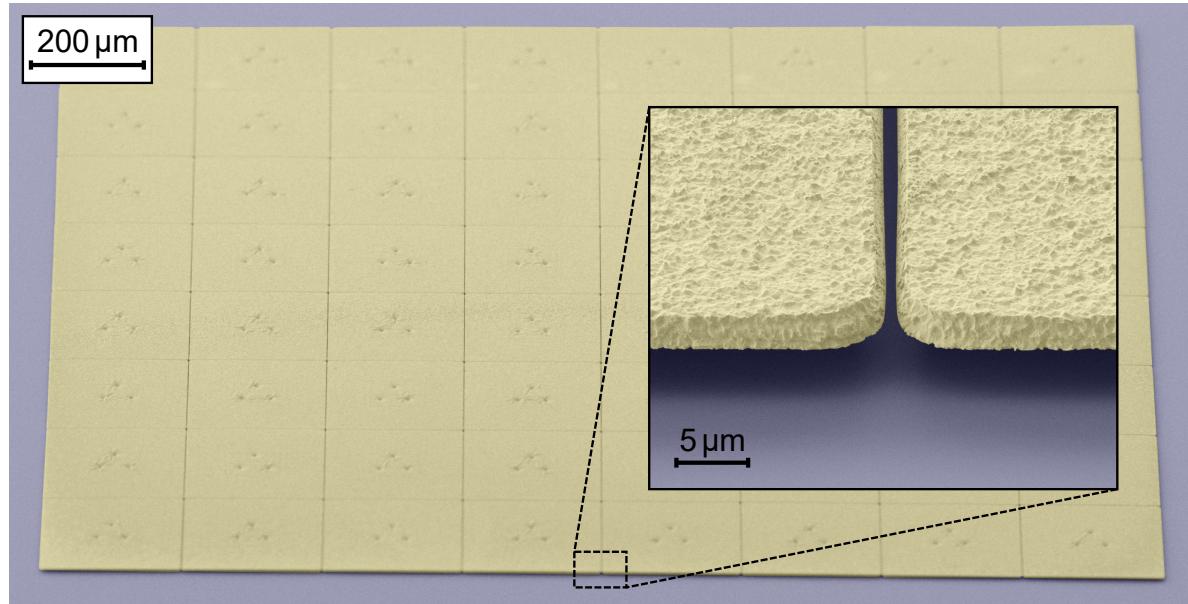


Abbildung 4.5: Kolorierte REM-Aufnahme eines Absorberarrays, bestehend aus 64 Absorbern mit einer Schichtdicke von jeweils etwa $3\text{ }\mu\text{m}$. Jeder Absorber steht auf drei Stämmen frei, die jeweils einen Durchmesser von $5\text{ }\mu\text{m}$ besitzen. Der Abstand zwischen den einzelnen Absorbern beträgt etwa $2\text{ }\mu\text{m}$.

tolacks AZ 4533 für die untere Lackschicht und des Fotolacks AZ 40XT für die obere Lackschicht hergestellt. Für die Fabrikation solcher, verhältnismäßig dünner Teilchenabsorber erscheint die Verwendung des dünneren und deutlich einfacher zu prozessierenden Fotolacks AZ 4533 für die obere Lackschicht sinnvoll. Jedoch wurde festgestellt, dass die mit diesem Fotolack fabrizierten Au-Schichten lediglich Restwiderstandsverhältnisse RRR im Bereich zwischen 15 und 20 aufweisen. Somit verbessert die Verwendung des Fotolacks AZ 40XT die erzielbaren Restwiderstandsverhältnisse um über einen Faktor 2. Der in diesem Kapitel beschriebene Fabrikationsprozess kann außerdem dazu genutzt werden, Teilchenabsorber mit unterschiedlicher Schichtdicke auf dem gleichen Substrat herzustellen, indem nur ein Teil der Absorber mit einer oberen Absorberhälfte beschichtet werden. Die Verwendung von Detektorarrays mit solchen Teilchenabsorbern ist aktuell für Experimente in der Hochenergiephysik (HEP) in Diskussion [Ira13, Bas24]. Ferner kann die hier beschriebene optimierte Prozessabfolge auch für andere Absorbermaterialien angewendet werden, sofern die galvanische Abscheidung des Materials möglich ist.

5 Simulation von Signalform, Detektorrauschen und Energieauflösung

Viele Anwendungsfälle von magnetischen Mikrokalorimetern erfordern Detektorrealisierungen, deren thermodynamisches Verhalten nicht mit dem in Abbildung 2.7 dargestellten Modell eines kanonischen Ensembles mit zwei Subsystemen beschrieben werden kann [Gam16, Yoo20, Sch21]. Häufig treten zusätzliche Wärmekapazitäten sowie weitere thermische Verbindungen zwischen den Subsystemen auf, die eine einfache, analytische Beschreibung der Detektorantwort sowie der thermodynamischen Energiefluktuationen unmöglich machen. Um dennoch Aussagen über die Signalfom und die erreichbare Energieauflösung treffen zu können, sind andere Modelle sowie numerische Methoden notwendig. Die in dieser Arbeit entwickelten und in Kapitel 6 beschriebenen Detektoren für die Aktivitätsstandardisierung stellen ein solches komplexes Detektorsystem dar. Wie in Kapitel 1 erläutert, sollte hier die thermische Kopplung eines externen Teilchenabsorbers zum dazugehörigen Temperatursensor über einige Au-Bonddrahte realisiert werden, um eine Wiederverwendbarkeit des Detektorchips zu ermöglichen. Dies motivierte im Rahmen dieser Arbeit die Entwicklung einer Simulationsumgebung, mit der unter anderem die Signalanstiegszeit in einem solchen Detektor in Abhängigkeit der Bonddraht-Konfiguration sowie die erreichbare Energieauflösung vorhergesagt werden kann. Dies wiederum erlaubt es, die Methoden zur Optimierung derartiger Detektoren zu verbessern.

Für die Entwicklung der Simulationsumgebung wurde die sogenannte Zustandsraumdarstellung genutzt. In diesem Kapitel wird zunächst ein kurzer Überblick über die Grundlagen der Zustandsraumdarstellung gegeben. Anschließend wird die verwendete Methodik zur Simulation von Signalfom, Detektorrauschen und Energieauflösung an einem „klassischen“ magnetischen Mikrokalorimeter erläutert und validiert, indem dessen analytisch anhand des in Abschnitt 2.5 diskutierten thermodynamischen Modells beschriebene Verhalten mit den Simulationsergebnissen verglichen wird. Abschließend wird die Eignung der entwickelten Simulationsmethode für komplexere Detektoraufbauten anhand eines sogenannten Hydra-Detektors [Gam19] überprüft.

5.1 Grundlagen der Zustandsraumdarstellung

Bei einem magnetischen Mikrokalorimeter kann in erster Näherung von einem linearen, zeitinvarianten System (LTI-System) ausgegangen werden, wenn die Wärmekapazität des Detektors C_{tot} und die Magnetisierungsänderung $\partial M / \partial T$ als konstant und unab-

hängig vom Energieeintrag angenommen werden. Diese Voraussetzung ist genau dann gegeben, wenn die durch den Energieeintrag E_0 hervorgerufene Temperaturänderung δT klein gegenüber der Temperatur T_0 des Wärmebads ist, das heißt $\delta T \ll T_0$. Eine geläufige Methode zur Beschreibung von LTI-Systemen in der Systemtheorie ist die Zustandsraumdarstellung [Leo15]. Grundlegend wird dabei die systembeschreibende Differentialgleichung n -ter Ordnung in n Differentialgleichungen 1. Ordnung zerlegt und in eine Matrix/Vektor-Notation gebracht. Die beiden Vektorgleichungen

$$\dot{\vec{x}}(t) = \mathbf{A}\vec{x}(t) + \mathbf{B}\vec{v}(t) \quad (\text{Zustandsgleichung}) \quad \text{und} \quad (5.1)$$

$$\vec{y}(t) = \mathbf{C}\vec{x}(t) + \mathbf{D}\vec{v}(t) \quad (\text{Ausgangsgleichung}) \quad (5.2)$$

beschreiben dann das dynamische Verhalten des Systems. In dieser Darstellung wird $\vec{x}(t)$ als Zustandsvektor bezeichnet, der die Zeitabhängigkeit der Zustandsgrößen des Systems beinhaltet (etwa die Knotenpotentiale einer elektrischen Schaltung) und in aller Regel die Länge n besitzt. Der Vektor $\vec{v}(t)$ enthält die p Eingangssignale und der Vektor $\vec{y}(t)$ die q Ausgangssignale des Systems. Die Matrix \mathbf{A} wird als die Systemmatrix bezeichnet und besitzt die Dimensionen $(n \times n)$. Außerdem ist \mathbf{B} die $(n \times p)$ -Steuermatrix, \mathbf{C} die $(q \times n)$ -Beobachtungsmatrix und \mathbf{D} die $(q \times p)$ -Durchschaltmatrix. Die Struktur der Zustandsraumdarstellung ist in Abbildung 5.1 grafisch als Signalflussplan dargestellt.

Die allgemeine Lösung der inhomogenen Zustandsgleichung 5.1 kann hergeleitet werden, indem zunächst die Lösung der homogenen Differentialgleichung $\dot{\vec{x}}(t) = \mathbf{A}\vec{x}(t)$ berechnet und anschließend der Ansatz der Variation der Konstanten gewählt wird [Fli13]. Hieraus ergibt sich die Lösung der inhomogenen Differentialgleichung zu

$$\vec{x}(t) = e^{\mathbf{A}t}\vec{x}_0 + \int_0^t e^{\mathbf{A}(t-\tau)}\mathbf{B}\vec{v}(\tau)d\tau, \quad (5.3)$$

mit dem initialen Zustandsvektor \vec{x}_0 zum Zeitpunkt $t = 0$. Programme wie Matlab und die Python-Bibliothek SciPy bieten Funktionen, mit denen sich das Ausgangssignal komplexer Systeme in der Zustandsraumdarstellung für beliebige Zeitpunkte t

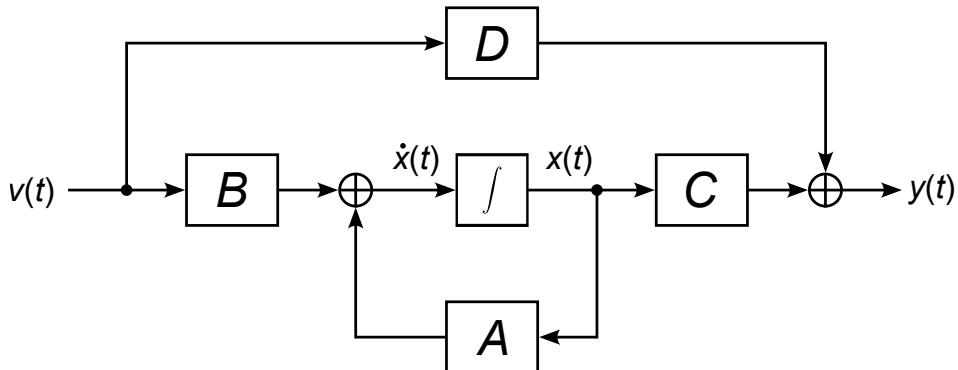


Abbildung 5.1: Signalflussplan der Zustandsraumdarstellung. Die in der Abbildung verwendeten Größen sind im Haupttext definiert und eingehend erläutert. Die Abbildung wurde aus [Leo15] adaptiert.

berechnen lässt. Dies beinhaltet insbesondere die numerische Berechnung der Exponentialmatrix $e^{\mathbf{A}t}$. Im Folgenden wird gezeigt, wie das System eines magnetischen Mikrokalorimeters im Zustandsraum dargestellt werden kann.

5.2 Demonstration an einem klassischen magnetischen Mikrokalorimeter

In diesem Abschnitt wird die Zustandsraumdarstellung zunächst zur Beschreibung eines „klassischen“ magnetischen Mikrokalorimeters verwendet, dessen Verhalten durch das in Abschnitt 2.5 eingeführte Modell eines kanonischen Ensembles mit zwei Subsystemen beschrieben wird. Anhand dieses Beispiels wird die zur Simulation der Signalform, des Detektorrauschens und der Energieauflösung verwendete Methodik ausführlich erläutert, die im weiteren Verlauf der Arbeit auch auf komplexere Detektorkonfigurationen angewandt wird.

5.2.1 Aufstellen der Zustandsraumdarstellung

Um ein klassisches magnetisches Mikrokalorimeter in der Zustandsraumdarstellung zu beschreiben, wird das thermodynamische Modell aus Abbildung 2.7 zunächst in ein elektrisches Ersatzschaltbild umgewandelt. Hierfür werden die folgenden Analogien verwendet [McC05]:

$$\begin{array}{lll} \text{Wärme } Q & \Leftrightarrow & \text{Elektrische Ladung } Q \\ \text{Wärmefluss } \dot{Q} & \Leftrightarrow & \text{Elektrischer Strom } I \\ \text{Temperatur } T & \Leftrightarrow & \text{Elektrische Spannung } U \\ \text{Wärmeleitwert } G & \Leftrightarrow & \text{Elektrischer Leitwert } G \\ \text{Wärmekapazität } C & \Leftrightarrow & \text{Elektrische Kapazität } C \end{array}$$

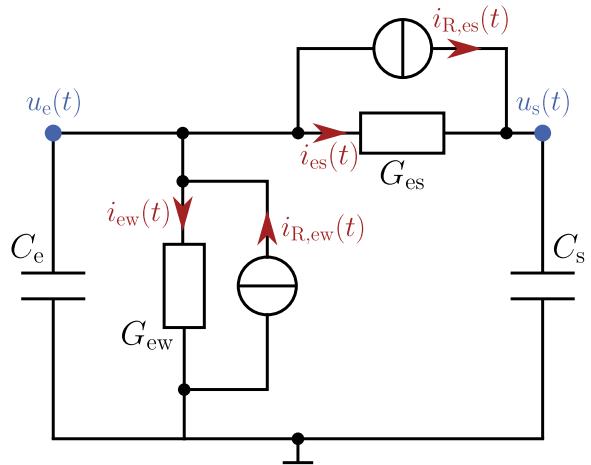
Wie in Abbildung 5.2 dargestellt, werden in dem Ersatzschaltbild die Wärmekapazitäten des Elektronensystems und des Systems der magnetischen Momente durch die elektrischen Kapazitäten C_e und C_s repräsentiert. Die Wärmeleitwerte zwischen den Systemen werden durch die elektrischen Leitwerte G_{es} und G_{ew} dargestellt, während die gemeinsame elektrische Masse dem Wärmebad entspricht. Mit den Rauschstromquellen parallel zu den Leitwerten werden die thermodynamischen Energiefliktuationen zwischen den Komponenten des Detektors modelliert.

Der Zustandsvektor $\vec{x}(t)$ sowie der Eingangssignalvektor $\vec{v}(t)$ werden für dieses Ersatzschaltbild wie folgt definiert:

$$\vec{x}(t) = \begin{pmatrix} u_e(t) \\ u_s(t) \end{pmatrix}, \quad \vec{v}(t) = \begin{pmatrix} i_{R,es}(t) \\ i_{R,ew}(t) \end{pmatrix}. \quad (5.4)$$

Dabei sind die Zustandsvariablen $x_1(t) = u_e(t)$ und $x_2(t) = u_s(t)$ die zeitlichen Verläufe der Spannungen über den Kapazitäten des Elektronensystems und des Systems der

Abbildung 5.2: Elektrisches Ersatzschaltbild eines magnetischen Mikrokalorimeters, das durch das in Abbildung 2.7 eingeführte thermodynamische Modell eines kanonischen Ensembles mit zwei Subsystemen beschrieben wird. Die für die Herleitung der Zustandsraumdarstellung verwendeten Knotenpotentiale sind in Blau, die Zweigströme in Rot dargestellt.



magnetischen Momente. Die Eingangssignale $v_1(t) = i_{R,es}(t)$ und $v_2(t) = i_{R,ew}(t)$ beschreiben die zeitlichen Verläufe der Stromfluktuationen der jeweiligen Rauschquellen. Um nun die Matrizen \mathbf{A} , \mathbf{B} , \mathbf{C} und \mathbf{D} zu bestimmen, werden zunächst die Knotengleichungen für die in Abbildung 5.2 blau markierten Knotenpotentiale an den beiden Kapazitäten aufgestellt:

$$\begin{aligned} C_e \frac{\delta u_e}{\delta t} &= -i_{es}(t) - i_{ew}(t) - i_{R,es}(t) + i_{R,ew}(t) \\ &= -[u_e(t) - u_s(t)] G_{es} - u_e(t) G_{ew} - i_{R,es}(t) + i_{R,ew}(t) \end{aligned} \quad (5.5)$$

$$\begin{aligned} C_s \frac{\delta u_s}{\delta t} &= i_{es}(t) + i_{R,es}(t) \\ &= [u_e(t) - u_s(t)] G_{es} + i_{R,es}(t) \end{aligned} \quad (5.6)$$

Diese Knotengleichungen sind analog zu den Differentialgleichungen 2.21 und 2.22 des thermodynamischen Modells. Durch Umstellen der obigen Gleichungen und Substitution mit den Vektorkomponenten des Zustandsvektors $\vec{x}(t)$ und des Eingangssignalvektors $\vec{v}(t)$ aus Gleichung 5.4 ergeben sich die zeitlichen Ableitungen der Zustandsvariablen des Systems zu:

$$\dot{x}_1(t) = -\frac{G_{es}}{C_e}x_1(t) + \frac{G_{es}}{C_e}x_2(t) - \frac{G_{ew}}{C_e}x_1(t) - \frac{1}{C_e}v_1(t) + \frac{1}{C_e}v_2(t) \quad (5.7)$$

$$\dot{x}_2(t) = \frac{G_{es}}{C_s}x_1(t) - \frac{G_{es}}{C_s}x_2(t) + \frac{1}{C_s}v_1(t). \quad (5.8)$$

Nach der Definition der Zustandsraumdarstellung aus Gleichung 5.1 enthält die Systemmatrix \mathbf{A} die Koeffizienten der Zustandsvariablen $x_1(t)$ sowie $x_2(t)$ und die Steuermatrix \mathbf{B} die Koeffizienten der Eingangssignale $v_1(t)$ sowie $v_2(t)$:

$$\mathbf{A} = \begin{pmatrix} -\frac{G_{es}}{C_e} - \frac{G_{ew}}{C_e} & \frac{G_{es}}{C_e} \\ \frac{G_{es}}{C_s} & -\frac{G_{es}}{C_s} \end{pmatrix} \quad \text{und} \quad \mathbf{B} = \begin{pmatrix} -\frac{1}{C_e} & \frac{1}{C_e} \\ \frac{1}{C_s} & 0 \end{pmatrix}. \quad (5.9)$$

Die Beobachtungsmatrix \mathbf{C} wird so gewählt, dass der Spannungsabfall $u_s(t)$ über dem System der magnetischen Momente, und damit der Temperaturverlauf des Temperatursensors, auf das Ausgangssignal $y(t)$ abgebildet wird. Anhand der Durchschaltmatrix \mathbf{D} kann, wie in Abbildung 5.1 veranschaulicht, ein unmittelbarer Einfluss des Eingangssignalvektors $\vec{v}(t)$ auf das Ausgangssignal $y(t)$ beschrieben werden, der nicht von der Dynamik des Systems beeinträchtigt wird. Da dies für die Modellierung eines magnetischen Mikrokalorimeters jedoch nicht von Interesse ist, wird für die Durchschaltmatrix die Nullmatrix eingesetzt:

$$\mathbf{C} = \begin{pmatrix} 0 & 1 \end{pmatrix}, \quad \mathbf{D} = \begin{pmatrix} 0 & 0 \end{pmatrix}. \quad (5.10)$$

5.2.2 Simulation von Signalform und intrinsischem Detektorrauschen

Die im vorigen Abschnitt bestimmten systembeschreibenden Matrizen werden im Folgenden dafür verwendet, das zeitliche Verhalten der Temperatur des Systems der magnetischen Momente sowohl nach einem Energieeintrag in den Detektor als auch hervorgerufen durch thermodynamische Energiefluktuationen zu simulieren. Dazu diente im Rahmen dieser Arbeit die Funktion `scipy.signal.lsim` aus der Python-Bibliothek SciPy¹. Diese nimmt als Argumente die Matrizen \mathbf{A} , \mathbf{B} , \mathbf{C} und \mathbf{D} sowie einen Vektor mit den zeitlichen Verläufen der Eingangssignale $\vec{v}(t)$. Außerdem wird eine Liste mit Zeitpunkten t übergeben, an denen das Ausgangssignal des Systems berechnet werden soll. Der Vektor \vec{x}_0 wiederum enthält die initialen Werte der Zustandsvariablen zum Zeitpunkt $t = 0$.

Die folgenden Betrachtungen erfolgen an einem magnetischen Mikrokalorimeter mit den Wärmekapazitäten des Elektronensystems und des Systems der magnetischen Momente von $C_e = C_s = 1 \text{ pJ/K}$, der Signalanstiegszeit $\tau_0 = 1 \mu\text{s}$ und der Signalabfallszeit $\tau_1 = 1 \text{ ms}$. Die elektrischen Kapazitäten des Ersatzschaltbildes in Abbildung 5.2 nehmen hierbei die Werte der Wärmekapazitäten an. Die Leitfähigkeiten G_{es} und G_{ew} wurden nicht, wie beispielsweise in Kapitel 6 bei der Simulation der Detektoren zur Aktivitätsstandardisierung aus einer Detektorgeometrie abgeleitet, sondern mithilfe der Gleichungen 2.26 so gewählt, dass sich die angegebenen Zeitkonstanten ergeben. Nur so ist ein direkter Vergleich der simulierten Detektorsignale zu analytisch berechneten Detektorsignalen möglich. Somit ergeben sich die elektrischen Leitwerte zu:

$$G_{es} = \frac{1}{\tau_0} \frac{C_e C_s}{C_e + C_s} \quad \text{und} \quad G_{ew} = \frac{C_e + C_s}{\tau_1}. \quad (5.11)$$

Für die Simulation der Signalform nach einem Energieeintrag E_0 in das Elektronensystem wird der initiale Zustandsvektor zu

$$\vec{x}_0 = \begin{pmatrix} E_0/C_e \\ 0 \end{pmatrix} \quad (5.12)$$

¹SciPy Version 1.13.1

gewählt. Es wird also von einer instantanen Thermalisierung des Elektronensystems ausgegangen, während die Temperaturänderung des Systems der magnetischen Momente zum Zeitpunkt $t = 0$ den Wert $\Delta T_s = 0$ besitzt. Der anschließende Temperaturverlauf des Systems der magnetischen Momente wird für ein Zeitfenster von t_{sim} simuliert. Dabei wird die Temperatur in äquidistanten Zeitabständen von $\Delta t = 1/f_s$ berechnet, wobei f_s im Folgenden als Abtastrate bezeichnet wird. Es sei angemerkt, dass mit diesem Vorgehen nur Zeitpunkte $t \geq 0$ nach vollständiger Thermalisierung des Elektronensystems simuliert werden können. Ein zeitlicher Bereich vor dem Signalanstieg (Pretrigger-Bereich) kann daher erst nach Abschluss der Simulation durch das Einfügen von Nullen erzeugt werden. Grundsätzlich könnte der Energieeintrag in das Elektronensystem zu einem beliebigen Zeitpunkt t_0 auch durch das Hinzufügen einer weiteren Stromquelle in das Ersatzschaltbild in Abbildung 5.2 erreicht werden. Das Stromsignal der Quelle $i(t) = E_0 \delta(t - t_0)$ in das Elektronensystem würde dabei die instantane Thermalisierung des Elektronensystems modellieren und als weiteres Eingangssignal in den Eingangssignalvektor $\vec{v}(t)$ eingehen. Da die Simulation des Detektorsignals zeitdiskret mit dem Abtastintervall Δt stattfindet, ist die Verwendung der Delta-Distribution $\delta(t)$ jedoch nicht möglich und es müsste stattdessen ein Stromsignal mit der Dauer Δt verwendet werden, dessen zeitliches Integral E_0 entspricht. Jedoch würde es sich somit nicht mehr um eine instantane Thermalisierung des Elektronensystems handeln. Aus diesem Grund wurde sich im Rahmen dieser Arbeit gegen diesen Ansatz entschieden.

Die reine Simulation der Signalform geschieht ohne den Einfluss thermodynamischer Energiefuktuationen. Der Eingangssignalvektor $\vec{v}(t)$ ist daher zunächst der Nullvektor. In Abbildung 5.3 ist das Ergebnis der Simulation im Zeitbereich und im Frequenzbereich in jeweils blauer Farbe für eine Betriebstemperatur des magnetischen Mikrokalorimeters von $T_0 = 20 \text{ mK}$ dargestellt. Der Energieeintrag in den Detektor betrug für diese Simulation $E_0 = 100 \text{ eV}$. Dieser wurde bewusst gering gewählt, sodass das später simulierte intrinsische Detektorrauschen im Verhältnis zur Signalamplitude sichtbar ist. Die Darstellung im Zeitbereich gibt den zeitlichen Verlauf der Temperaturänderung des Systems der magnetischen Momente ΔT_s wieder. Das simulierte Zeitfenster beträgt in diesem Beispiel $t_{\text{sim}} = 1 \text{ s}$. Dieses lange Zeitfenster, verglichen mit der Dauer des Detektorpulses, wurde gewählt, um Spektralanteile des Detektorsignals im tiefen Frequenzbereich von wenigen Hz zu erhalten. Abbildung 5.3a) zeigt also nur einen Ausschnitt des simulierten Verlaufs. Die Abtastrate betrug $f_s = 20 \text{ MHz}$. Der Pretrigger-Bereich wurde, aus den oben genannten Gründen, nach Abschluss der Simulation durch Einfügen von Nullen erzeugt und besitzt in diesem Beispiel die Dauer $t_{\text{pt}} = 0,1 \cdot t_{\text{sim}}$. Die Signalform des simulierten Pulses stimmt genau mit dem theoretisch hergeleiteten Zeitverlauf aus Gleichung 2.23 überein, der als schwarz gestrichelte Linie in Abbildung 5.3a) eingezeichnet ist. Dies zeigt sich auch im Frequenzbereich in Abbildung 5.3b). Um einen Vergleich zum Frequenzgang des Signals aus Abbildung 2.8a) zu schaffen, wurde die Amplitude des simulierten Pulses vor der Fouriertransformation auf den Energieeintrag E_0 normiert. Auch im Frequenzbereich stimmt der simulierte Verlauf des Detektorsignals über alle Frequenzen mit dem theoretischen Verlauf überein, der als schwarze gestrichelte Linie überlagert ist. Eine kleine Abweichung ergibt sich nahe der Nyquist-Frequenz von

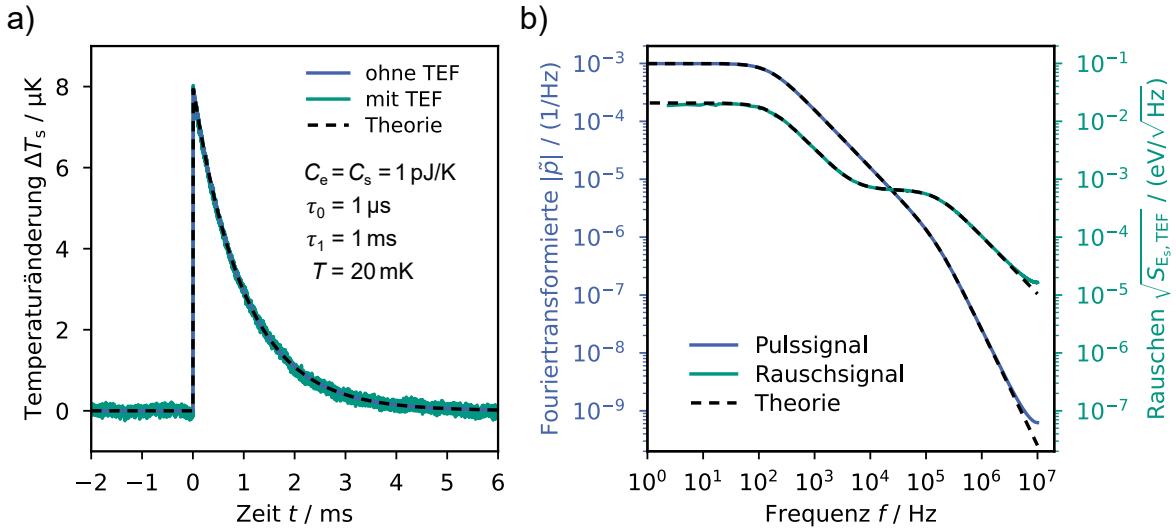


Abbildung 5.3: Anhand der Zustandsraumdarstellung simulierte Detektorantwort für das in diesem Abschnitt betrachtete magnetische Mikrokalorimeter. **a)** Zeitlicher Verlauf der Temperatur des Systems der magnetischen Momente nach einem Energieeintrag von $E_0 = 100 \text{ eV}$ ohne (blau) und mit (grün) thermodynamische Energieflikuationen (TEF). Als schwarz gestrichelte Linie überlagert ist der nach Gleichung 2.23 theoretisch berechnete Pulsverlauf. **b)** Fouriertransformierte des in a) in blauer Farbe gezeigten Detektorpulses sowie über 100 simulierte Zeitverläufe gemitteltes Rauschspektrum der thermodynamischen Energieflikuationen. Als schwarze gestrichelte Linien sind jeweils die theoretisch berechneten Verläufe aus Abbildung 2.8a) dargestellt.

$f_s/2 = 10 \text{ MHz}$. Die Erhöhung des simulierten Signals ist höchstwahrscheinlich das Resultat von Aliasing, da das Frequenzspektrum bei dieser Frequenz vor der Abtastung nicht auf null abgefallen ist, wie es vom Nyquist-Shannon-Abtasttheorem gefordert wird. Jedoch fällt der Frequenzgang des Signals zu hohen Frequenzen selbst stark ab. Daher wird der Aliasing-Effekt immer geringer, je höher f_s gewählt wird. Mit der hier verwendeten Abtastrate von $f_s = 20 \text{ MHz}$ wird davon ausgegangen, dass das Aliasing keine signifikanten Fehler in den simulierten Signalen verursacht, wie die Ergebnisse auch verdeutlichen. In der Zukunft könnte eine alternative Implementierung für die Reduktion des Aliasing eine Überabtastung, Tiefpass-Filterung und anschließendes Downsampling des Signals beinhalten. Ferner könnte in das Zustandsraummodell ein Anti-Aliasing-Filter implementiert werden, das Frequenzanteile über der Nyquist-Frequenz bereits vor Abtastung des Signals auf ein Minimum reduziert.

Um die thermodynamischen Energieflikuationen des magnetischen Mikrokalorimeters mit in die Simulation einfließen zu lassen, werden dem System über den Eingangssignalvektor $\vec{v}(t)$ die zeitlichen Verläufe des weißen Rauschens beider Stromrauschquellen zugeführt. Analog zum thermodynamischen Modell (siehe Gleichung 2.29) betragen die spektralen Leistungsdichten

$$S_{i_{R,\text{es}}} = 4k_B T^2 G_{\text{es}} \quad \text{und} \quad S_{i_{R,\text{ew}}} = 4k_B T^2 G_{\text{ew}} \quad . \quad (5.13)$$

Für die Erzeugung der Zeitsignale wird eine Gaußverteilung der Rauschamplituden mit dem Erwartungswert $\mu = 0$ und der Varianz $\sigma^2 = S_{i_R} f_s / 2$ angenommen. Die Simulation eines verrauschten Ruhesignals des Detektors, dem kein Detektorpuls überlagert ist, wird mit dem initialen Zustandsvektor $\vec{x}_0 = (0 \ 0)^T$ für das gesamte Zeitfenster $t_{\text{sim}} + t_{\text{pt}}$ durchgeführt. Ein verrauschter Detektorpuls ergibt sich dann durch die Überlagerung des oben simulierten unverrauschten Detektorpulses mit dem verrauschten Ruhesignal. In Abbildung 5.3a) ist ein solcher simulierter verrauschter Detektorpuls in grüner Farbe dargestellt. Aufgrund des vergleichsweise gering gewählten Energieeintrags von $E_0 = 100 \text{ eV}$ sind die thermodynamischen Energiefluktuationen deutlich sichtbar. In Abbildung 5.3b) ist in grüner Farbe das gemittelte und unter Verwendung der Welch-Methode [Wel67] berechnete Rauschspektrum von 100 simulierten Ruhesignalen dargestellt. Auch hier zeigt sich, dass die Simulation ausgezeichnet mit der als gestrichelte schwarze Linie überlagerten theoretischen Vorhersage aus Abbildung 2.8b) übereinstimmt. Wie auch bei der Simulation der Signalform ist eine unbedeutsame Abweichung bei hohen Frequenzen zu beobachten, deren Ursache höchstwahrscheinlich Aliasing ist. Zusammenfassend lässt sich feststellen, dass sich das Verhalten eines magnetischen Mikrokalorimeters anhand der Zustandsraumdarstellung sehr zuverlässig simulieren lässt und die im Rahmen dieser Arbeit entwickelte Simulationsmethode validiert werden konnte.

5.2.3 Vorhersage der erreichbaren Energieauflösung

Um mithilfe der in dieser Arbeit entwickelten Simulationsmethode eine Abschätzung der Energieauflösung eines Detektors zu machen, werden eine statistisch hinreichende Menge N verrauschter Detektorsignale simuliert und mithilfe der in Abschnitt 3.4 beschriebenen Methode des optimalen Filterns ausgewertet². Dafür wird zunächst ein unverrauschter Musterpuls mit dem Energieeintrag E_0 für ein Zeitfenster t_{sim} simuliert, das den vollständigen Signalverlauf im Zeitbereich erfasst. Anschließend wird ein Pretrigger-Bereich eingefügt, der zum Beispiel die Länge $t_{\text{pt}} = 0,5 \cdot t_{\text{sim}}$ besitzt. Es folgt die Simulation von N Ruhesignalen des Detektors, bei denen kein Energieeintrag in das Elektronensystem erfolgt ist, im Zeitfenster $t_{\text{sim}} + t_{\text{pt}}$. Aus dem Musterpuls und den Ruhesignalen wird dann, wie in Abschnitt 3.4 beschrieben, die optimale Filterfunktion im Zeitbereich erzeugt. Im nächsten Schritt wird diese auf alle N Detektorsignale angewandt, die durch Überlagerung jedes simulierten Ruhesignals mit dem Musterpuls erzeugt werden. Die so bestimmten Amplituden der Detektorsignale werden schließlich auf die Energie E_0 kalibriert und in einem Histogramm aufgetragen.

Abbildung 5.4 zeigt ein wie oben beschrieben erzeugtes Histogramm für den im vorigen Abschnitt betrachteten Detektor unter Berücksichtigung thermodynamischer Energiefluktuationen. Hierbei wurde eine Statistik von $N = 10\,000$ Detektorsignalen, ein Zeitfenster für die Simulation von $t_{\text{sim}} = 5 \text{ ms}$, ein Zeitfenster für den Pretrigger-Bereich von $t_{\text{pt}} = 2,5 \text{ ms}$ sowie ein Energieeintrag von $E_0 = 100 \text{ eV}$ verwendet. Die Betriebstempera-

²Da die simulierten Pulse keinen Trigger-Jitter besitzen, erfolgt die Bestimmung der Pulshöhe allein durch Anwendung von Gleichung 3.6.

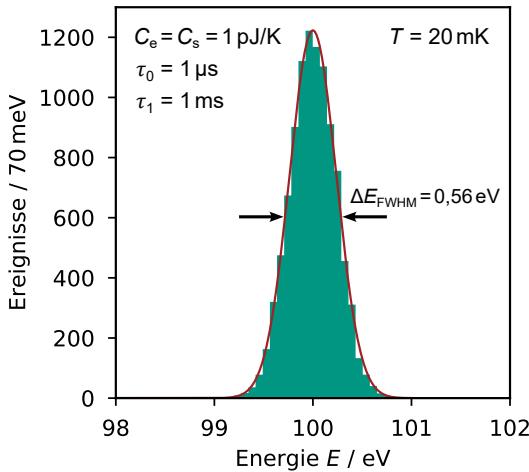


Abbildung 5.4: Histogramm der durch optimales Filtern bestimmten Amplituden von $N = 10\,000$ simulierten Detektorsignalen, denen ein durch thermodynamische Energiefluktuationen hervorgerufener Rauschbeitrag überlagert wurde. Die aus dem Histogramm durch Anpassung einer Gaußkurve bestimmte Energieauflösung des Detektors beträgt $\Delta E_{\text{FWHM,sim}} = 0,56$ eV und stimmt hervorragend mit dem theoretischen Wert von $\Delta E_{\text{FWHM,tho}} = 0,55$ eV überein.

tur wurde zu $T_0 = 20 \text{ mK}$ gewählt. Es ist zu erkennen, dass die Amplituden gaußverteilt um den Erwartungswert E_0 auftreten. Durch die Anpassung einer Gaußkurve an das Histogramm kann die Energieauflösung von $\Delta E_{\text{FWHM,sim}} = 0,56 \text{ eV}$ bestimmt werden. Die mit Gleichung 2.32 theoretisch bestimmte Energieauflösung für diesen Detektor beträgt $\Delta E_{\text{FWHM,tho}} = 0,55 \text{ eV}$. Die simulierte Energieauflösung stimmt also im Rahmen der gemachten Annahmen mit der theoretischen Vorhersage hervorragend überein.

5.2.4 Energieauflösung eines realen Detektorsystems

Um die tatsächlich erreichbare Energieauflösung eines magnetischen Mikrokalorimeters in einem realen Messaufbau zu simulieren, müssen neben thermodynamischen Energiefluktuationen weitere Rauschbeiträge mit einbezogen werden. Zudem spielt die Geometrie des Detektors eine wichtige Rolle. Die relevanten Rauschbeiträge in einem realen Detektorsystem sowie die Ausdrücke für ihre spektralen Leistungsdichten wurden bereits in Abschnitt 2.5.4 erläutert. Um die hier vorgeführte Simulationsmethode zu verifizieren, wird beispielhaft die Detektorkonfiguration des ^{55}Fe -Detektorarrays aus Kapitel 7 (Tabellen 7.1 und 7.2) zur Simulation herangezogen. Da bei der Optimierung des ^{55}Fe -Detektorarrays eine zweite, etablierte Methode zur Abschätzung der erreichbaren Energieauflösung [Fle09, Kem18] verwendet wurde, kann ein direkter Vergleich zwischen beiden Methoden angestellt werden.

Das Vorgehen zur Simulation der Energieauflösung ist sehr ähnlich zu dem im vorigen Abschnitt beschriebenen. Zunächst erfolgt die Generierung eines Musterpulses und von N Ruhesignalen des Detektors, bei denen nur thermodynamische Energiefluktuationen berücksichtigt werden. Zusätzlich werden jeweils N Ruhesignale erzeugt, für die das Flussrauschen der Erbium-Ionen, das Rauschen der SQUID-Auslese beziehungsweise das magnetische Johnson-Rauschen berücksichtigt wird. Hierfür werden die Ausdrücke für die spektralen Leistungsdichten dieser Rauschbeiträge und die inverse Fouriertransformation verwendet. Alle Signal- und Rauschanteile werden anhand von Gleichung 2.33 als magnetische Flusssignale im Sensor-SQUID betrachtet. Ein simulierter verrauschter

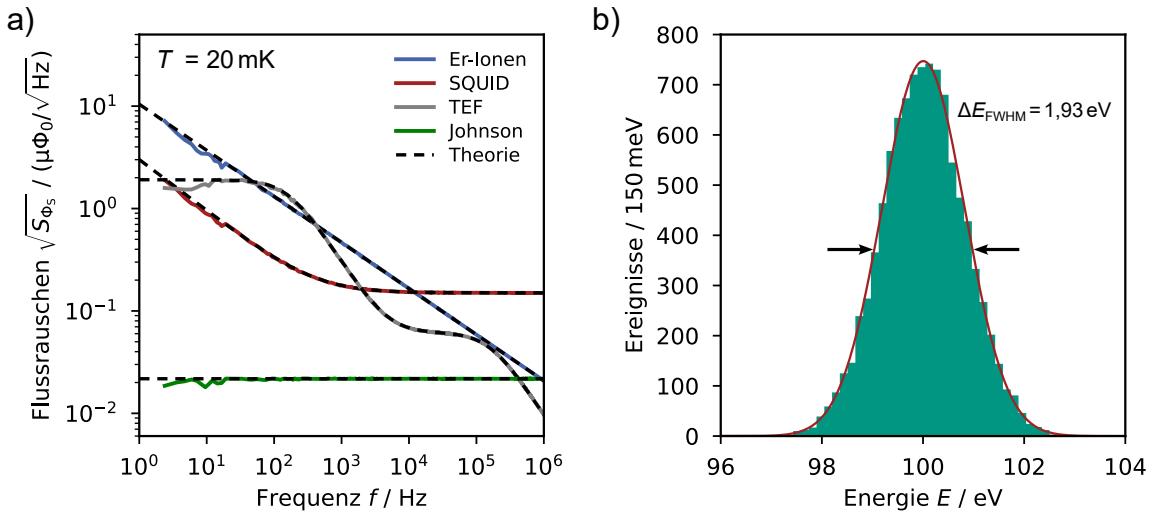


Abbildung 5.5: Mithilfe der in dieser Arbeit entwickelten Simulationsmethode bestimmte Energieauflösung des in Kapitel 7 beschriebenen ^{55}Fe -Detektorarrays. **a)** Über 100 simulierte Signalverläufe gemittelte, berechnete Frequenzspektren der Rauschbeiträge, die in die Simulation der Energieauflösung eingeflossen sind. Die Generierung der Rauschsignale wurde anhand der schwarzen Theoriekurven validiert. **b)** Histogramm der durch optimales Filtern bestimmten Amplituden von $N = 10\,000$ simulierten Detektorsignalen, denen die Rauschbeiträge aus a) überlagert wurden. Die aus dem Histogramm durch Anpassung einer Gaußkurve bestimmte Energieauflösung des ^{55}Fe -Detektorarrays beträgt $\Delta E_{\text{FWHM,sim}} = 1,93 \text{ eV}$ und stimmt hervorragend mit dem theoretischen Wert von $\Delta E_{\text{FWHM,theo}} = 1,95 \text{ eV}$ aus Tabelle 7.2 überein.

Detektorpuls ergibt sich dann aus der Summe des Musterpulses mit allen Rauschbeiträgen im Zeitbereich. Die Erzeugung der einzelnen Rauschbeiträge wurde validiert, indem ihre Frequenzgänge mit den zu erwartenden Spektren verglichen wurden. In Abbildung 5.5a) sind die jeweils über 100 Signale gemittelten Rauschspektren der verschiedenen Rauschbeiträge mit den erwarteten Verläufen dargestellt.

In Abbildung 5.5b) ist das Histogramm der Signalamplituden von $N = 10\,000$ simulierten Detektorpulsen dargestellt. Die Parameter der Simulation wurden erneut zu $T_0 = 20 \text{ mK}$, $E_0 = 100 \text{ eV}$, $f_s = 20 \text{ MHz}$, $t_{\text{sim}} = 5 \text{ ms}$ und $t_{\text{pt}} = 2,5 \text{ ms}$ gewählt. Auch hier zeigt sich die erwartete gaußförmige Verteilung der Signalamplituden. Die über die Anpassung einer Gaußkurve bestimmte Energieauflösung ergibt sich zu $\Delta E_{\text{FWHM,sim}} = 1,93 \text{ eV}$. Diese ist in hervorragender Übereinstimmung mit dem in Tabelle 7.2 angegebenen Wert von $\Delta E_{\text{FWHM,theo}} = 1,95 \text{ eV}$ für die Energieauflösung des ^{55}Fe -Detektorarrays. Durch den Vergleich zu einer zweiten, etablierten Methode zur Abschätzung der erreichbaren Energieauflösung konnte somit die in dieser Arbeit entwickelte Methode zur Simulation der Energieauflösung eines magnetischen Mikrokalorimeters unter Berücksichtigung aller im realen Experiment relevanten Rauschbeiträge validiert werden. Da die Zustandsraumdarstellung, wie im folgenden Abschnitt gezeigt wird, mit dem oben beschriebenen Vorgehen auch auf komplexe Detektorsysteme angewendet werden kann, erlaubt die in dieser Arbeit entwickelte Simulationsumgebung auch die Abschätzung der Energieauflösung solcher komplexen Systeme.

5.3 Simulation eines Hydra-Detektors

Ein Anwendungsfall für die in diesem Kapitel vorgestellte Simulationsmethode sind magnetische Mikrokalorimeter, die im Gegensatz zum oben diskutierten Fall aus mehr als zwei Subsystemen beziehungsweise Wärmekapazitäten bestehen. Dazu zählen, wie eingangs erwähnt, die für die Aktivitätsstandardisierung verwendeten Detektoren, die die Ankopplung von externen Teilchenabsorbern an den Temperatursensor mit Auf-Bonddrähten vorsehen. Ein weiteres Beispiel sind sogenannte Hydra-Detektoren [Gam16, Ste19, Yoo20, Sch21]. Hier besteht der Detektor aus mehreren Teilchenabsorbern, die mit unterschiedlichen Wärmeleitwerten an einen gemeinsamen Temperatursensor gekoppelt sind. So wird eine räumliche Auflösung ermöglicht, da sich Energieinträge in den jeweiligen Absorbern anhand der resultierenden Signalform unterscheiden lassen. Für die Entwicklung derartiger Detektoren ist daher eine Methode zur Vorhersage der Signalform unabdingbar.

Einen solchen Hydra-Detektor stellt unter anderem der MOCCA³-Detektor dar, der in [Gam19] vorgestellt wird. Es handelt sich hierbei um ein 4096-Pixel-Detektorarray für die ortsauflösende Messung von Molekülfragmenten. Wie schematisch in Abbildung 5.6 dargestellt, ist hierbei jeder einzelne Temperatursensor mit der Wärmekapazität C_s mit vier Teilchenabsorbern mit der jeweiligen Wärmekapazität C_a verbunden. Im Folgenden wird die Zustandsraumdarstellung für ein solches Subpixel des MOCCA-Detektors aufgestellt und die damit simulierten Signalformen für die vier Absorber mit den Signalformen verglichen, die in [Gam19] für MOCCA numerisch vorhergesagt wurden. Äquivalent zu dem in Abschnitt 5.2.1 beschriebenen Vorgehen ergibt sich für das in Abbildung 5.6 dargestellte thermodynamische Ersatzschaltbild die folgende Systemmatrix:

$$\mathbf{A} = \begin{pmatrix} -\frac{G_{a1s}}{C_a} & 0 & 0 & 0 & \frac{G_{a1s}}{C_a} \\ 0 & -\frac{G_{a2s}}{C_a} & 0 & 0 & \frac{G_{a2s}}{C_a} \\ 0 & 0 & -\frac{G_{a3s}}{C_a} & 0 & \frac{G_{a3s}}{C_a} \\ 0 & 0 & 0 & -\frac{G_{a4s}}{C_a} & \frac{G_{a4s}}{C_a} \\ \frac{G_{a1s}}{C_s} & \frac{G_{a2s}}{C_s} & \frac{G_{a3s}}{C_s} & \frac{G_{a4s}}{C_s} & -\frac{G_{a1s}}{C_s} - \frac{G_{a2s}}{C_s} - \frac{G_{a3s}}{C_s} - \frac{G_{a4s}}{C_s} - \frac{G_{sb}}{C_s} \end{pmatrix}.$$

Da für die Bestimmung der Signalform keine thermodynamischen Energiefluktuationen einbezogen werden, ergibt sich für die Steuermatrix $\mathbf{B} = 0$. In [Gam19] sind die

³Akronym für MOleCule Camera Array

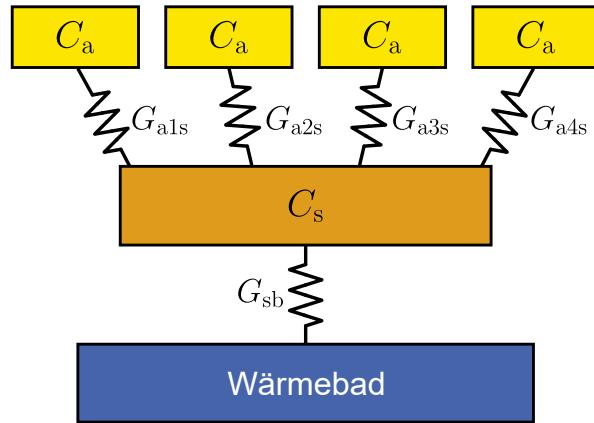


Abbildung 5.6: Thermodynamisches Ersatzschaltbild eines Hydra-Detektorsystems mit vier Absorbern, die mit unterschiedlichen Wärmeleitwerten G an den gemeinsamen Temperatursensor gekoppelt sind.

Wärmekapazitäten der Subsysteme sowie die Wärmeleitwerte der thermischen Verbindungen wie folgt angegeben: $C_a = 2,09 \text{ pJ/K}$, $C_s = 16,1 \text{ pJ/K}$, $G_{a1s} = 508 \text{ nW/K}$, $G_{a2s} = 181 \text{ nW/K}$, $G_{a3s} = 100 \text{ nW/K}$, $G_{a4s} = 53,2 \text{ nW/K}$ und $G_{sb} = 5,50 \text{ nW/K}$. Das Ergebnis der Signalformsimulation ist in Abbildung 5.7 für ein Zeitfenster von 0,2 ms und 2 ms dargestellt. Die vier Pulse entsprechen jeweils dem Temperaturverlauf des Systems der magnetischen Momente nach einem Energieeintrag von $E_0 = 6 \text{ keV}$ in einen der vier Absorber. Es ist zu erkennen, dass die Pulse deutlich durch ihre Anstiegszeit unterscheidbar sind. Nach Thermalisierung des Energieeintrags innerhalb des Detektors bei etwa $t = 0,2 \text{ ms}$ besitzen alle Signale ungefähr die gleiche Amplitude und fallen mit der gleichen Zeitkonstante zurück auf die Betriebstemperatur. In Abbildung 5.7a) sind zusätzlich aus [Gam19] extrahierte, numerisch berechnete Daten als Punkte dar-

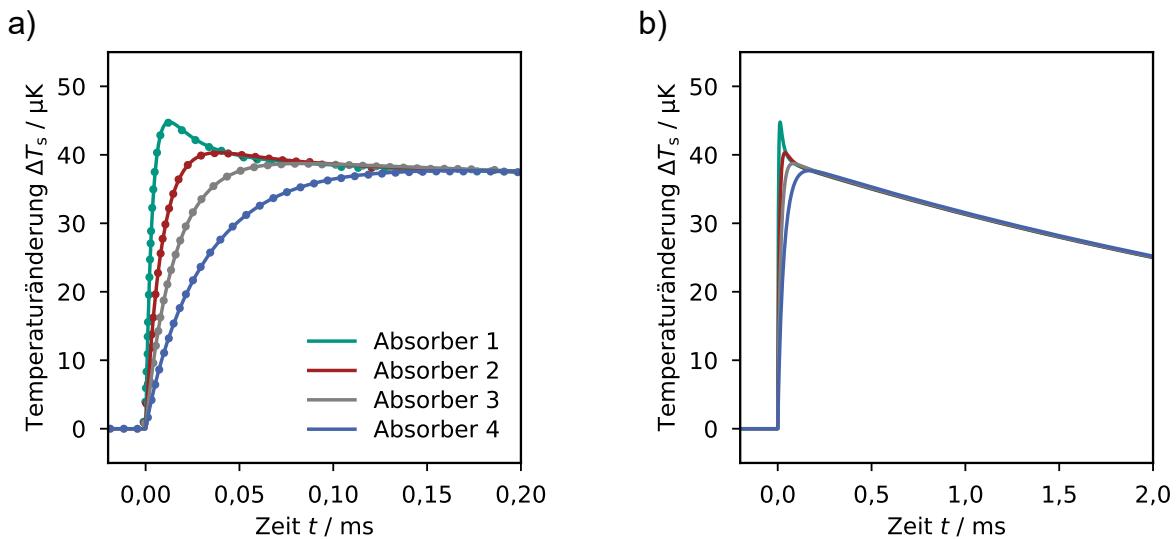


Abbildung 5.7: Anhand der Zustandsraumdarstellung simulierte Signalformen des MOCCA-Detektors für Zeitfenster von **a)** 0,2 ms und **b)** 2 ms nach einem Energieeintrag von $E_0 = 6 \text{ keV}$ in jeweils einen der vier Absorber. In a) sind zusätzlich aus [Gam19] extrahierte Daten als Punkte abgebildet. Die hier simulierten Daten zeigen zu diesen eine exakte Übereinstimmung.

gestellt. Es ist zu erkennen, dass die mithilfe der Zustandsraumdarstellung simulierten Signalformen exakt denen aus [Gam19] entsprechen.

Anhand dieses Beispiels konnte verifiziert werden, dass die Zustandsraumdarstellung auch für die Simulation und die Entwicklung von komplexen Detektorsystemen verwendet werden kann. Durch die Systematik der oben gezeigten Systemmatrix \mathbf{A} ist es sehr einfach, dieses Modell auf eine Vielzahl von Absorbern zu erweitern. Durch die Einbeziehung von parasitären thermischen Verbindungen zwischen den Absorbern und dem Wärmebad könnten zukünftig außerdem Energieverluste in das Substrat modelliert werden. Das Einfügen von Rauschquellen würde es zudem ermöglichen, die erreichbare Energieauflösung eines solchen Detektors abzuschätzen. Die Anwendbarkeit der Simulationsmethode beschränkt sich dabei nicht nur auf magnetische Mikrokalorimeter. Auch die Beschreibung anderer Mikrokalorimeter wie etwa supraleitender Phasenübergangsthermometer (superconducting transition-edge sensors, TES) könnte in die Simulationsumgebung eingebettet werden. Gleiches gilt für andere Detektionsprinzipien, wie etwa Mikrobolometer.

6 Wiederverwendbare Detektoren für die Aktivitätsstandardisierung

Wie in Kapitel 1 erläutert, sind magnetische Mikrokalorimeter aufgrund ihrer hohen Detektionseffizienz und exzellenten Energieauflösung äußerst vielversprechend für die Radionuklidmetrologie. Ein Ziel des Projekts PrimA-LTD war daher eine Demonstration der primären Aktivitätsstandardisierung an den Radionukliden ^{241}Am , ^{129}I und ^{55}Fe unter Verwendung eigens für diesen Zweck entwickelter magnetischer Mikrokalorimeter. Das zu messende Radionuklid wird dafür in unabhängig von der eigentlichen Detektorfertigung hergestellte Teilchenabsorber eingebracht. Die Einbringung ist dabei so angelegt, dass eine 4π -Detektionsgeometrie entsteht. Wird die Dicke des Absorbers in Bezug auf die Zerfallsenergie des zu vermessenden Radionuklids hinreichend groß gewählt, so kann in dieser Konfiguration eine Detektionseffizienz von nahezu 100 % erreicht werden. Die thermische Ankopplung eines solchen externen Absorbers an den Temperatursensor eines magnetischen Mikrokalorimeters erlaubt daher die absolute Messung der Aktivität des Radionuklids mit äußerst geringer systematischer Unsicherheit.

Die Integration des zu vermessenden Radionuklids in den Teilchenabsorber eines magnetischen Mikrokalorimeters ist seit einigen Jahren ein gängiges Vorgehen in der Radionuklidmetrologie. Das Herstellungsverfahren für derartige Absorber ist beispielsweise in [Boc20] beschrieben. Eine typische Methode der Quellenpräparation ist die Tröpfchen-deposition, bei der das Radionuklid in Form einer Lösung auf den Absorber getropft und anschließend getrocknet wird. Andere Methoden umfassen die Elektrodeposition der Quelle und die in Kapitel 7 eingehend erläuterte Ionen-Implantation. In früheren Arbeiten, und insbesondere in dem Vorläuferprojekt MetroBeta [Loi18a, Loi20], erfolgte die thermische Ankopplung des externen Absorbers an das Detektorpixel, wie in Abbildung 6.1a) dargestellt, mit einer Klebeverbindung. Für dieses Verfahren ist auf dem Temperatursensor eine Thermalisierungsschicht aus Au aufgebracht, auf die mehrere Stämme aus Au angeordnet sind. Zwischen den Stämmen werden Klebertröpfchen platziert und der Absorber anschließend auf das Detektorpixel gepresst. Diese Anordnung nutzt die hohe elektronische Wärmeleitfähigkeit der Au-Stämme aus. Gegenüber einer Klebung auf einer glatten Fläche ohne Stämme, durch die eine rein phononische Wärmeleitung durch die Klebeschicht möglich wäre, kann mit dem beschriebenen Vorgehen eine starke thermische Kopplung zwischen Absorber und Sensor und somit schnelle Signalanstiegszeiten im Bereich von $10\ \mu\text{s}$ erreicht werden [Pau19]. Außerdem entspricht diese Anordnung der in Abbildung 2.4 dargestellten Detektorgeometrie, mit der durch die Verwendung von Stämmen der in Abschnitt 2.2 erläuterte Verlust athermischer Phononen verringert wird. Ein entscheidender Nachteil dieser Anordnung ist jedoch die permanente Klebeverbindung zwischen Absorber und Detektorpixel, die den Detektor für lediglich ein einziges Experiment nutzbar macht. Im Kontext regelmäßiger

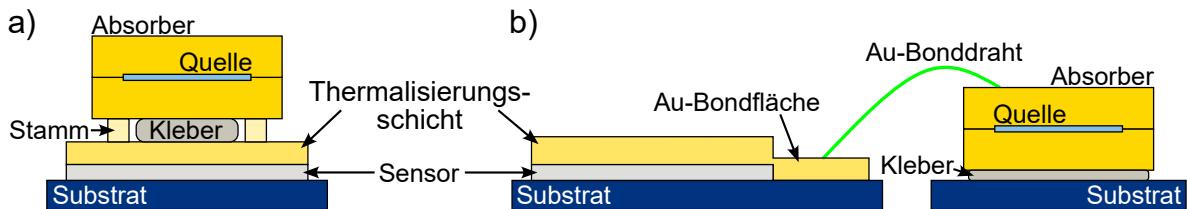


Abbildung 6.1: Betriebsmodi der im Rahmen dieser Arbeit entwickelten RoS-Detektoren für die Messung mit einem externen Teilchenabsorber mit integrierter radioaktiver Quelle. **a)** Im Single-use-Betriebsmodus wird der Absorber auf eine Au-Thermalisierungsschicht des Temperatursensors geklebt und thermisch mit auf der Thermalisierungsschicht aufgebrachten Stämmen verbunden. **b)** Im Reusable-Betriebsmodus wird der Absorber auf ein separates Substrat aufgeklebt und thermisch über einen oder mehrere Au-Bonddrähte mit einer dafür vorgesehenen Bondfläche der Thermalisierungsschicht verbunden. In beiden Betriebsmodi dient die Au-Thermalisierungsschicht mit ihrer hohen thermischen Leitfähigkeit für einen gleichmäßigen Wärmetransfer auf die darunterliegende Sensorschicht.

Messungen für die Aktivitätsstandardisierung in der Radionuklidmetrologie würde die Verwendung eines neuen Detektors für jedes Experiment einen erheblichen Ressourcen- und Kostenaufwand bedeuten.

Aus dem oben genannten Grund wurden im Rahmen von PrimA-LTD und der vorliegenden Arbeit Detektoren entwickelt, die für eine Vielzahl von unterschiedlichen Experimenten wiederverwendet werden können. Wie in Abbildung 6.1b) dargestellt, wird der Absorber mit integrierter Quelle hierfür auf ein vom Detektorchip separates Substrat aufgeklebt oder auf einem solchen Substrat bereits hergestellt. Die thermische Ankopplung des Absorbers an den Temperatursensor erfolgt über einen oder mehrere Bonddrähte aus Au, die mit einer dafür vorgesehenen Bondfläche der Au-Thermalisierungsschicht des Temperatursensors verbunden werden. Dies erlaubt den einfachen Austausch der zu vermessenden Probe durch das Entfernen der Au-Bonddrähte. Es ist jedoch davon auszugehen, dass die Signalanstiegszeit aufgrund des im Vergleich zu den Stämmen niedrigen Wärmeleitwerts der Au-Bonddrähte verglichen mit der oben beschriebenen Anordnung länger ist, was zu einer Verschlechterung der Detektorauflösung führt¹. Eine der Ziele dieser Arbeit war daher zu untersuchen, wie stark sich der geringe Wärmeleitwert der Au-Bonddrähte negativ auf die Energieauflösung eines magnetischen Mikrokalorimeters auswirkt und inwiefern dies anhand der Geometrie, der Materialeigenschaften und der Anzahl paralleler Bonddrähte kompensiert werden kann. Für einen direkten Vergleich der Performanz der beschriebenen Anordnungen besitzen die im Rahmen dieser Arbeit entwickelten Detektoren zwei Betriebsmodi: den sogenannten Single-use-Betriebsmodus, bei dem der Absorber direkt mit dem Detektorpixel verklebt wird, sowie den Reusable-Betriebsmodus, bei dem der Absorber über Au-Bonddrähte an das Detektorpixel angekoppelt wird. Da die Detektoren beide Betriebsmodi unter-

¹Besitzt ein Au-Stamm beispielsweise einen typischen Durchmesser von 40 µm und eine Höhe von 3 µm, so weist er verglichen mit einem Au-Bonddraht des Durchmessers 25 µm und der Länge 3 mm einen um den Faktor 2560 erhöhten Wärmeleitwert auf, wenn von der gleichen spezifischen Wärmeleitfähigkeit der Materialien ausgegangen wird.

stützen, wird für sie im weiteren Verlauf dieser Arbeit die projektinterne Bezeichnung *RoS-Detektoren* (für Reusable or Single-use) verwendet.

Da die oben genannten Radionuklide unterschiedliche Zerfallsenergien besitzen, variiert auch die jeweilige Absorberdicke, die für eine hinreichend hohe Detektionseffizienz notwendig ist. Die benötigten Absorberdicken wurden im Rahmen von PrimA-LTD von einem Projektpartner anhand von Strahlungstransport-Simulationen für jedes Radionuklid definiert. Daraus resultierte der Bedarf an zwei Detektortypen: Dem als RoS-M bezeichneten Detektor für die Messung von ^{55}Fe sowie dem als RoS-L bezeichneten Detektor für die Messung von ^{241}Am und ^{129}I . In den folgenden Abschnitten wird der Entwurf dieser Detektoren beschrieben und der Ablauf der Mikrofabrikation erläutert. Ferner werden die Ergebnisse einer im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Messung mit einem im Reusable-Modus betriebenen RoS-M-Detektor diskutiert. Wie oben erläutert, wird davon ausgegangen, dass die Verwendung des Reusable-Betriebsmodus gegenüber dem Single-use-Betriebsmodus eine Verschlechterung der Detektorperformanz bedingt. Um eine Abschätzung für die Performanz eines im Reusable-Modus betriebenen RoS-Detektors zu erhalten, erfolgte die Simulation der Signalform und der Energieauflösung eines solchen Detektors anhand der in Kapitel 5 vorgestellten Simulationsmethode. Eine Beschreibung des Entwurfs der RoS-Detektoren wurde bereits in einer wissenschaftlichen Fachzeitschrift vorveröffentlicht [Mü24a].

6.1 Optimierung und Entwurf der Detektoren

Aus den Dimensionen und dem Material der im Rahmen von PrimA-LTD verwendeten Teilchenabsorber mit integrierter Quelle ergeben sich bei einer angenommenen Betriebstemperatur von $T_0 = 20\text{ mK}$ Wärmekapazitäten von $C_a = 110\text{ pJ/K}$ für den RoS-M-Detektor und $C_a = 400\text{ pJ/K}$ für den RoS-L-Detektor. Ausgehend von diesen Wärmekapazitäten wurde eine Optimierung der Detektorgeometrie beider Detektoren zur Minimierung der jeweiligen Energieauflösung durchgeführt. Die Optimierung eines Detektors erfolgt durch die numerische Berechnung der Energieauflösung für eine Vielzahl von Detektorkonfigurationen in einem vordefinierten Parameterraum. Der optimale Parametersatz minimiert die Energieauflösung des Detektors. Die Berechnung der Energieauflösung erfolgt unter der Annahme, dass für die Energiebestimmung ein optimales Filter (siehe Abschnitt 2.5.1) verwendet wird. Dafür wird die Signalgröße des Detektors unter Verwendung der numerisch berechneten thermodynamischen Eigenschaften des paramagnetischen Sensormaterials Ag:Er (siehe Abschnitt 2.3) sowie der in Abschnitt 2.4 erläuterten Detektorgeometrie bestimmt. Die spektrale Leistungsdichte des Gesamtrauschens des Detektors wird durch inkohärente Summation der in den Abschnitten 2.5.3 und 2.5.4 erläuterten Rauschbeiträge berechnet. Eine Beschreibung des Optimierungsverfahrens ist in [Fle09] und [Kem18] gegeben.

In Tabelle 6.1 sind die Eingangsparameter für die Optimierung beider Detektortypen zusammengefasst. Diese umfassen die Geometrie der mäanderförmigen Detektionsspuen sowie die Erbium-Konzentration $x_{\text{Er}} = 475\text{ ppm}$ des verwendeten Sensormateri-

		RoS-M	RoS-L
Mäanderförmige Detektionsspule (Nb)	Schichtdicke Linienbreite w Mitte-zu-Mitte-Abstand p	250 nm 5 µm 10 µm	250 nm 5 µm 10 µm
Isolation (SiO_2)	Schichtdicke	300 nm	300 nm
Temperatursensor (Ag:Er)	Erbium-Konzentration x_{Er} Wechselwirkungsparameter α $1/f^\zeta$ -Rauschen $\sqrt{S_m}(1 \text{ Hz})$ Exponent ζ des $1/f^\zeta$ -Rauschens	475 ppm 12,5 $\sqrt{0,117\mu_B}/\sqrt{\text{Hz}}$ 0,9	475 ppm 12,5 $\sqrt{0,117\mu_B}/\sqrt{\text{Hz}}$ 0,9
Teilchenabsorber	Wärmekapazität bei $T = 20 \text{ mK}$	110 pJ/K	400 pJ/K
Signalform	Anstiegszeit τ_0 Abfallszeit τ_1	1 µs 1 ms	1 µs 1 ms

SQUID-Auslese

	Einkoppelpulsen-Induktivität L_{in}	2 nH	27 nH
	Stromsensitivität $1/M_{\text{is}}$	$5,4 \mu\text{A}/\Phi_0$	$2,3 \mu\text{A}/\Phi_0$
	Parasitäre Induktivität L_{par}	0,5 nH	0,5 nH
SQUID-Rauschen	$1/f^\alpha$ -Rauschen $\sqrt{S_{\Phi_S,\text{SQ},1/f}}(1 \text{ Hz})$	$3 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$	$3 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$
	Weißes Rauschen $\sqrt{S_{\Phi_S,\text{SQ},w}}$	$0,15 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$	$0,15 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$
	Exponent α des $1/f^\alpha$ -Rauschens	1	1

Tabelle 6.1: Auflistung der Eingangsparameter für die Optimierungsrechnungen der RoS-Detektoren.

als Ag:Er, die aufgrund von Einschränkungen bei der Mikrofabrikation festgelegt war. Da beide Detektortypen auf demselben Substrat fabriziert werden sollten, war zudem die identische Dicke aller Materialschichten eine Randbedingung. Die Annahmen für die Induktivitäten und Rauschbeiträge der SQUID-Auslese basieren auf der Verwendung von Sensor-SQUIDs vom Typ X1 (für RoS-M) und vom Typ XS (für RoS-L) der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt [Dru07], die mit einer XXF-1 SQUID-Ausleseelektronik in einem zweistufigen SQUID-Aufbau betrieben werden. Für die Detektoroptimierung wurde bei festgelegter Betriebstemperatur die Fläche und die Schichtdicke des Temperatursensors sowie der felderzeugende Dauerstrom variiert und für jede Iteration die resultierende Energieauflösung wie oben beschrieben berechnet. Es ist wichtig anzumerken, dass die Detektoren für den Betriebsmodus optimiert wurden, bei dem der Teilchenabsorber mit einer Klebeverbindung direkt an die Sensorschicht gekoppelt wird (Single-use-Betriebsmodus). Hierbei kann in guter Näherung das in Abschnitt 2.5 beschriebene Detektormodell verwendet werden, das ein magnetisches Mikrokalorimeter als kanonisches Ensemble mit zwei stark aneinander gekoppelten Subsystemen, die die Leitungselektronen und die magnetischen Momente repräsentieren, beschreibt. Hierbei wurde die Signalanstiegszeit zu $\tau_0 = 1 \mu\text{s}$ und die Signalabfallszeit zu $\tau_1 = 1 \text{ ms}$ angenommen. Dieses Modell ist jedoch nicht mehr korrekt, wenn die

		RoS-M	RoS-L
Detektionsspule	Felderzeugender Strom I_0	95 mA	94 mA
	Induktivität L_m	6,8 nH	28,5 nH
Temperatursensor	Schichtdicke	3 µm	3 µm
	Fläche	$495 \times 495 \mu\text{m}^2$	$1015 \times 1015 \mu\text{m}^2$
	Wärmekapazität C_s	71 pJ/K	297 pJ/K
Erwartete Energieauflösung ΔE_{FWHM}		19,5 eV	38,5 eV

Tabelle 6.2: Auflistung des berechneten optimalen Parametersatzes der RoS-Detektoren, der die jeweils zu erwartende Energieauflösung unter den gegebenen Randbedingungen minimiert. Die Optimierung wurde mit den Parametern aus Tabelle 6.1 für eine Betriebstemperatur von $T = 20 \text{ mK}$ durchgeführt.

Detektoren im Reusable-Modus betrieben werden, bei dem Absorber und Sensor über Au-Bonddrähte miteinander gekoppelt sind. Der geringere Wärmeleitwert der Bonddrähte kann zu einer signifikanten Erhöhung der Signalanstiegszeit gegenüber der bei der Optimierung angenommenen Anstiegszeit von $\tau_0 = 1 \mu\text{s}$ führen. Außerdem stellen die Bonddrähte ein weiteres thermodynamisches System des Detektors mit eigener Wärmekapazität dar, die zusätzlich in die Gesamtwärmekapazität des Detektors ein geht. Der Einfluss der thermodynamischen Eigenschaften der Au-Bonddrähte auf das Detektorverhalten wird in den späteren Abschnitten 6.4.3 und 6.5 ausführlich diskutiert.

Die Optimierungsrechnungen für eine Betriebstemperatur von $T_0 = 20 \text{ mK}$ unter den gegebenen Randbedingungen ergeben die in Tabelle 6.2 dargestellten, optimalen Parametersätze beider Detektortypen. Die Schichtdicke der Temperatursensoren von $d = 3 \mu\text{m}$ stellte sich dabei als optimaler Kompromiss für die Energieauflösung beider Detektortypen heraus. Die berechnete, erwartete Energieauflösung ergibt sich für den RoS-M-Detektor zu $\Delta E_{\text{FWHM}} = 19,5 \text{ eV}$ und für den RoS-L-Detektor zu $\Delta E_{\text{FWHM}} = 38,5 \text{ eV}$.

Die Ergebnisse der Detektoroptimierung sowie weitere Aspekte, wie die Wiederverwendbarkeit der Detektoren, dienten als Grundlage für die Anfertigung technischer Zeichnungen. In Abbildung 6.2 sind die technischen Zeichnungen des RoS-M-Detektors und des RoS-L-Detektors dargestellt. Jeder Detektorchip enthält einen einzelnen Detektor des jeweiligen Typs, dessen zwei Detektorpixel von einem SQUID ausgelesen werden. Jedes Pixel besteht aus einem Ag:Er-Temperatursensor mit der in Tabelle 6.2 angegebenen Fläche. Die Sensoren sind auf mäanderförmigen Detektionsspulen aus Nb platziert. Die Windungen der Detektionsspulen sind dabei rund ausgeführt, um eine Unterdrückung des kritischen Stroms aufgrund des Current-Crowding-Effekts [Cle11] zu vermeiden, der den maximal präparierbaren felderzeugenden Dauerstrom limitieren kann. Die Zuleitungen zu den Detektionsspulen $\pm F$ für die Präparation des felderzeugenden Dauerstroms verlaufen um die Detektorpixel herum. Somit können vertikale Durchkontaktierungen zu der oberen Nb-Schicht vermieden werden, die gemäß Erfahrungen in der Arbeitsgruppe ebenfalls eine Reduktion des kritischen Stroms verursachen können. Zwischen den Detektorpixeln befindet sich der Heizer-basierte Schalter für die Präparation des

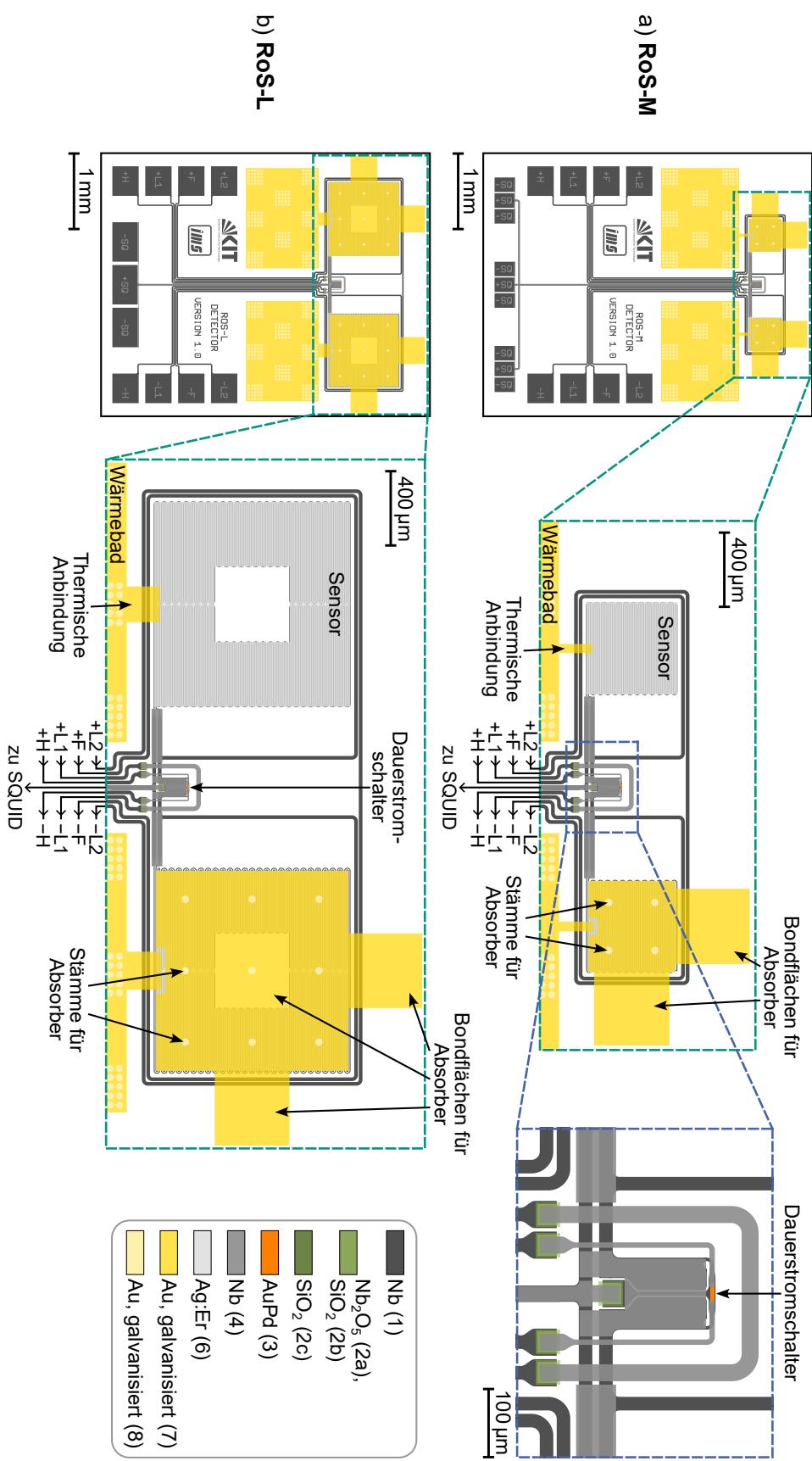


Abbildung 6.2: Technische Zeichnung des a) RoS-M-Detektors und des b) RoS-L-Detektors. Es ist jeweils links ein gesamter Detektorchip gezeigt und rechts daneben eine Vergrößerung in den Bereich der Detektorpixel. In letzterem Fall ist die Thermalisierungsschicht des jeweils linken Pixels ausgeblendet. Die vergrößerte Darstellung des Dauerstromschalters (rechts oben) ist für beide Detektorarten identisch. Die Legende ordnet den verschiedenen Schichten das jeweils verwendete Material zu. Die Nummer in Klammern bezieht sich jeweils auf die Schichtnummer aus Tabelle 6.3. Die Isolationsschichten (2a, 2b, 2c) sind invers gezeichnet, das heißt, die gezeichneten Bereiche werden von Isolation ausgespart. Aus Gründen der Übersichtlichkeit sind die Zeichnungen der Isolationsschichten auf den Bondflächen sowie die Au-Keimschicht (5) nicht dargestellt.

felderzeugenden Dauerstroms. Die Dimensionen des Heizelements sind mit einer Länge von $20\text{ }\mu\text{m}$ und einer Breite von $5\text{ }\mu\text{m}$ so gewählt, dass sich bei kryogenen Temperaturen ein Widerstand von etwa 9Ω ergibt.

Der Temperatursensor eines jeden Detektorpixels ist vollflächig mit einer $3\text{ }\mu\text{m}$ dicken, galvanisch abgeschiedenen Au-Schicht bedeckt, die in Abbildung 6.1 als Thermalisierungsschicht bezeichnet ist. Die Thermalisierungsschicht ragt an zwei Kanten über den Rand des Sensors hinaus und bietet dort Bondflächen für die thermische Ankopplung eines externen Absorbers (vergleiche Abbildung 6.1b). Diese Anordnung hat zwei Vorteile: Da die Bonddrähte in dieser Konfiguration nicht direkt auf die Sensorschicht aufgebracht werden, wird eine Beschädigung der Sensorschicht sowie der darunterliegenden Detektionsspule verhindert. Außerdem besitzt das galvanisch abgeschiedene Au der Thermalisierungsschicht eine höhere thermische Leitfähigkeit als das gesputterte Sensormaterial. Dadurch ermöglicht die Thermalisierungsschicht einen gleichmäßigen Wärmetransfer auf die darunterliegende Sensorschicht und damit eine schnelle Thermalisierung des Sensors. Die Sensorfläche des RoS-L-Detektors ist erheblich größer als die des RoS-M-Detektors, wodurch die Verwendung der Bondflächen am Rand des Detektorpixels trotz der Thermalisierungsschicht eine verlängerte Signalanstiegszeit zur Folge haben kann. Daher besitzt der RoS-L-Detektor eine zusätzliche Bondfläche mit etwa $400\text{ }\mu\text{m}$ Kantenlänge in seiner Mitte, deren Verwendung eine schnellere Thermalisierung des Detektors ermöglicht. Auf der Thermalisierungsschicht beider Detektortypen sind außerdem galvanisch abgeschiedene Au-Stämme mit einer Schichtdicke von $3\text{ }\mu\text{m}$ und einem Durchmesser von jeweils $40\text{ }\mu\text{m}$ angeordnet. Im Falle des Single-use-Betriebsmodus (vergleiche Abbildung 6.1a) wird der Teilchenabsorber thermisch mit diesen Stämmen verbunden, wodurch im Gegensatz zu einer vollflächigen Klebung ein metallischer Kontakt zwischen Absorber und Sensor ermöglicht wird. Die beiden Sensorschichten eines Detektors besitzen eine Flächenasymmetrie von 95:100, wobei jeweils der Sensor des rechten Detektorpixels kleiner ausgeführt ist. Dies ermöglicht, wie in Abschnitt 2.4.3 erläutert, die Überwachung der Chiptemperatur während der Messung.

Jeder Temperatursensor ist über eine thermische Anbindung aus galvanisch abgeschiedenem Au mit einem chipinternen Wärmebad verbunden. Nach Gleichung 2.26 bestimmt der Wärmeleitwert dieser Anbindung die Signalabfallszeit des Detektors. Die Dimensionierung der Anbindung erfolgte unter Verwendung des Wiedemann-Franz-Gesetzes, aus dem ihr Längen-zu-Breiten-Verhältnis für die angestrebte Signalabfallszeit τ_1 wie folgt hervorgeht:

$$\frac{l}{b} = d \frac{\tau_1}{C_{\text{tot}}} \frac{LT(\text{RRR} - 1)}{\rho_{\text{Au}}} . \quad (6.1)$$

Dabei bezeichnet $d = 3\text{ }\mu\text{m}$ die Schichtdicke und $\text{RRR} = 10$ das Restwiderstandsverhältnis der Anbindung, C_{tot} die Gesamtwärmekapazität des Detektors, T die Temperatur, $L = 2,45 \cdot 10^{-8}\text{ W}\Omega/\text{K}^2$ die Lorenz-Zahl und $\rho_{\text{Au}} = 2,2 \cdot 10^{-8}\text{ }\Omega\text{m}$ den spezifischen Widerstand von Au-Vollmaterial bei Raumtemperatur. Die thermischen Anbindungen wurden für beide Detektoren für eine Signalabfallszeit von $\tau_1 = 1\text{ ms}$ bei einer Temperatur von $T = 15\text{ mK}$ dimensioniert. Dabei ergaben sich die Dimensionen $l = 150\text{ }\mu\text{m}$ und $b = 49,5\text{ }\mu\text{m}$ für den RoS-M- sowie $l = 150\text{ }\mu\text{m}$ und $b = 195\text{ }\mu\text{m}$ für den RoS-L-Detektor.

Die beiden Detektorpixel eines Detektorchips sind nah an der oberen Chipkante platziert, damit die Länge der Au-Bonddrähte zu einem externen Absorber möglichst kurz gehalten werden kann und sie somit einen höheren Wärmeleitwert besitzen. Die Bondflächen zur Kontaktierung des Sensor-SQUIDs befinden sich an der Unterkante des Chips. Im Falle des RoS-M-Detektors stehen hierbei drei Positionen zur Verfügung, die eine flexible Anordnung des SQUID-Chips ermöglichen und so gestaltet sind, dass zwei benachbarte RoS-M-Chips gleichzeitig von zwei Sensor-SQUIDs desselben SQUID-Chips ausgelesen werden können. An den seitlichen Rändern des Chips befinden sich Bondflächen für das Einbringen eines Feldstroms ($\pm F$) sowie eines Heizerstroms ($\pm H$) für die in Abschnitt 2.4 beschriebene Präparation eines felderzeugenden Dauerstroms in den Detektionsspulen. Die Leitungen $\pm L1$ und $\pm L2$ können dazu genutzt werden, Ströme von der einen Chipseite zur anderen Chipseite durchzuschleifen. Wird zum Beispiel auf der rechten Chipseite $-F$ mit $-L1$ über Bonddrähte verbunden, so ermöglicht dies das einseitige Einspeisen des Feldstroms auf der linken Chipseite über $+F$ mit $+L1$. Die Option, den Chip einseitig oder beidseitig zu beschalten, ermöglicht eine hohe Flexibilität für die Messaufbauten der verschiedenen Projektpartner. Die Detektorchips wurden für die Mikrofabrikation auf einem Wafer der Größe 3 Zoll angeordnet, der 36 Chips vom Typ RoS-M und 140 Chips vom Typ RoS-L umfasst.

6.2 Mikrofabrikation

Die Herstellung der RoS-Detektoren wurde im Rahmen von PrimA-LTD vollständig von dem Projektpartner am Kirchhoff-Institut für Physik an der Universität Heidelberg durchgeführt. An dieser Stelle wird daher lediglich anhand der in Tabelle 6.3 dargestellten Schichtreihenfolge ein Überblick über den Fabrikationsablauf gegeben. Eine detaillierte Beschreibung der vom Projektpartner eingesetzten Herstellungsmethoden ist beispielsweise in [Hen17, Gam19] zu finden. Die Fabrikation fand auf einem 3 Zoll großen Si(100)-Wafer statt, der vollflächig mit einer thermisch erzeugten SiO_2 -Schicht bedeckt war. Die verschiedenen Schichten der Detektoren wurden unter Verwendung von dc-Magnetron-Sputterverfahren, rf-Sputterverfahren sowie mittels Anodisations- und Galvanikprozessen deponiert. Vor den Sputterdepositionen erfolgte stets die Reinigung der Substratoberfläche mit einer Ionenquelle durch den Beschuss mit Ar-Ionen. Die Strukturierung der Schichten wurde entweder mittels eines plasmaunterstützten Trockenätzprozesses oder mittels eines Lift-Off-Verfahrens durchgeführt. Die in Tabelle 6.3 angegebenen Ist-Schichtdicken wurden mit einem Dektak XT Stylus Profilometer auf Testchips gemessen, die an den Rändern des Wafers angeordnet waren. Eine Verringerung zu den Soll-Schichtdicken könnte daher durch die örtliche Inhomogenität der Sputterprozesse verursacht worden sein, die eine geringere Depositionsraten am Rand des 3 Zoll-Wafers zur Folge hatte, in der Mitte des Wafers hingegen die gewünschte Schichtdicke erzielte.

Die Detektionsspulen und die untere Verdrahtung der Detektoren wurden aus einer 250 nm dicken, gesputterten Nb-Schicht strukturiert. Ihre elektrische Isolation besteht aus drei separaten Schichten: einer Nb_2O_5 -Schicht, die mittels nasschemischer Anodi-

Schicht	Material	Soll-Dicke	Ist-Dicke	Verfahren	Struktur
1	Nb	250 nm	231 nm	ICP-RIE	Detektionsspulen und untere Verdrahtung
2a	Nb_2O_5		27 nm	Anodisieren	
2b	SiO_2	175 nm	175 nm	Lift-Off	Elektrische Isolation
2c	SiO_2	175 nm	197 nm	Lift-Off	
3	AuPd	140 nm Nb ~ 2 nm	112 nm	Lift-Off	Heizelement des Dauerstromschalters
4	Nb	600 nm	522 nm	Lift-Off	Obere Verdrahtung
5	Nb Au	~ 2 nm 400 nm	303 nm	Lift-Off	Keimschicht für Galvanik
6	Ag:Er Au	3 μm 100 nm	2,1 μm	Lift-Off	Paramagnetischer Sensor
7	Au	3 μm	3,6 μm	Galvanik	Bondflächen für externe Absorber, Detektor-Thermalisierung
8	Au	3 μm	2,7 μm	Galvanik	Stämme für externe Absorber

Tabelle 6.3: Zusammenfassung der Schichtreihenfolge bei der Mikrofabrikation der in dieser Arbeit entwickelten RoS-Detektoren. Die Ist-Schichtdicken der einzelnen Schichten wurden auf Chips gemessen, die sich am Rand des zur Herstellung verwendeten 3 Zoll großen Si-Wafers befanden. Die Schichtdicke der Nb_2O_5 -Schicht wurde aus der Differenz der Schichtdicken einer anodisierten und einer nicht-anodisierten Nb-Struktur berechnet.

sation hergestellt wurde, sowie zwei gesputterten SiO_2 -Schichten mit einer Dicke von jeweils 175 nm. Für das Heizelement aus AuPd des Heizer-basierten Dauerstromschalters wurde eine Schichtdicke von 140 nm angestrebt, um den Entwurfswert des Widerstands von 9Ω zu erhalten. Unter und auf die AuPd-Schicht wurde jeweils eine wenige Nanometer² dünne Nb-Schicht gesputtert. Die untere Nb-Schicht bietet dabei eine Haftvermittlung zum Substrat, während die obere Nb-Schicht als Schutz vor parasitärem Abtrag in einer später folgenden Oberflächenreinigung mittels Ar-Ionenbeschuss diente. Die im nächsten Schritt deponierte Au-Schicht mit einer Dicke von 400 nm wurde bei der in späteren Prozessschritten durchgeführten Galvanik als Keimschicht verwendet. Auch hier diente eine zuvor gesputterte, wenige Nanometer dünne Nb-Schicht als Haftvermittler. Der Temperatursensor Ag:Er mit der Dicke von 3 μm wurde auf eine dünne

²Diese Nb-Schichten sind so dünn, dass ihre Schichtdicken mit den zur Verfügung stehenden Messmethoden nicht bestimmt werden können.

haftvermittelnde Nb-Schicht deponiert und anschließend zum Schutz vor Korrosion in den nachfolgenden Prozessschritten mit einer 100 nm dicken, in-situ gesputterten Au-Schicht abgedeckt. Die gemessene Schichtdicke der Sensorschicht von 2,1 µm weicht um etwa 30 % von der angestrebten Dicke ab. Die Ursache hierfür ist die oben erwähnte örtliche Inhomogenität des Sputterverfahrens, die im Falle des hier verwendeten Sputterprozesses für Sensorschichten bekanntermaßen hoch ausfällt. Die Gründe dafür sind zum einen die Verwendung einer 2 Zoll-Sputterquelle, die erheblich kleiner als das 3 Zoll große Substrat ist, sowie ein geringer Abstand zwischen Sputterquelle und Substrat. Für mittig auf dem Wafer platzierte Detektoren wird eine Sensorschichtdicke von etwa 3 µm erwartet. Um die Sensorschichtdicke eines im Experiment verwendeten Detektors abschätzen zu können, ist daher die Kenntnis seiner Positionierung auf dem Wafer erforderlich. Im anschließenden Prozessschritt wurde die Sensorschicht mit der oben erwähnten, 3 µm dicken Au-Thermalisierungsschicht abgedeckt, die außerdem Bondflächen für den Reusable-Betriebsmodus der Detektoren sowie die thermische Anbindung an das Wärmebad beinhaltet. Die Thermalisierungsschicht sowie die im nachfolgenden Schritt hergestellten Au-Stämme wurden galvanisch abgeschieden. Das nach Abschluss der Mikrofabrikation an einer Teststruktur gemessene Restwiderstandsverhältnis der Thermalisierungsschicht beträgt RRR = 9,4. In Abbildung 6.3 sind Mikroskopaufnahmen eines fertiggestellten RoS-M- und RoS-L-Detektorchips sowie eine Gesamtaufnahme des vollständig mikrofabrizierten Wafers dargestellt.

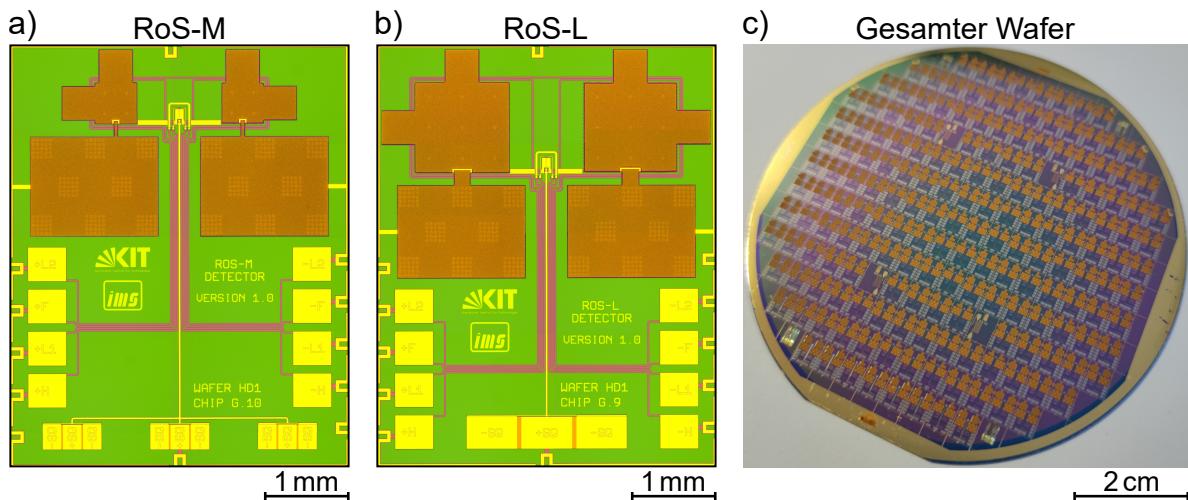


Abbildung 6.3: Mikroskopaufnahme eines a) RoS-M- und eines b) RoS-L-Detektorchips nach Abschluss der Mikrofabrikation. c) Fotografie des mikrofabrizierten Wafers mit insgesamt 36 RoS-M- und 140 RoS-L-Detektorchips.

6.3 Validierung der Detektorfunktion

Im Rahmen dieser Arbeit wurde in Kooperation mit der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt in Braunschweig eine Funktionsprüfung der RoS-Detektoren durchgeführt³. Im Folgenden wird der dabei verwendete kryogene Messaufbau beschrieben und die damit gemessene Magnetisierung des paramagnetischen Temperatursensors sowie die gemessene Signalform diskutiert.

6.3.1 Experimenteller Aufbau

An der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt Braunschweig steht ein Verdünnungskryostat vom Typ LD250⁴ zur Verfügung, der sehr ähnlich zu dem im Rahmen dieser Arbeit verwendeten Kryostaten aufgebaut ist (siehe Abschnitt 3.3). Der Kryostat erreicht an seiner Experimentierplattform eine Basistemperatur von etwa 11 mK. Für die hier beschriebene Messung wurde der in Abbildung 6.4 dargestellte Detektoraufbau an die Experimentierplattform des Kryostaten angebracht. Der Aufbau besteht aus einem vergoldeten Experimenthalter aus Kupfer, an den zwei vergoldete Kupferblöcke angeschraubt werden. Auf den Kupferblöcken können zwei Detektorchips beziehungsweise zwei SQUID-Chips platziert werden. Der Kupferblock der SQUID-Chips wird auf eine ausgefräste „SQUID-Zunge“ des Experimenthalters geschraubt, die über eine Länge von 48 mm von dem Vollmaterial des Halters abgekoppelt ist (siehe Abbildung 6.4c). Durch den entstehenden Spalt zwischen den beiden Kupferblöcken wird eine thermische Separation zwischen den Detektor- und SQUID-Chips erreicht. Dadurch kann ein Aufheizen der Detektorchips durch die Wärmedissipation der SQUIDs vermieden werden. Der gesamte Experimenthalter wird in ein Schild aus vergoldetem Aluminium eingeschoben, an dessen Ende radioaktive Quellen zur Bestrahlung der Detektoren angebracht werden können.

Für die hier beschriebenen Messungen wurde ein RoS-M- sowie ein RoS-L-Detektor in das Modul eingebaut. Zur Auslese der Detektoren wurde je ein zweistufiger SQUID-Aufbau vom Typ 6S116W der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt verwendet. Das Aufkleben aller Chips erfolgte unter Verwendung von Stycast 1266⁵. An die Detektorpixel wurden teilweise externe Absorber thermisch angekoppelt, indem die Absorber entweder direkt auf die Detektorpixel (Single-use-Betriebsmodus) oder auf einen in der Nähe befindlichen Kunststoffträger aus PEEK (Reusable-Betriebsmodus) geklebt wurden. In beiden Fällen wurde Stycast 1266 für die Klebeverbindungen verwendet.

³Die Vorbereitung der Messung fand im Rahmen eines Forschungsbesuchs bei der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt statt. Aufgrund eines Fehlers in dem kryogenen Aufbau wurde die eigentliche Messung im Nachgang von Alexander Göggelmann durchgeführt, der die im Folgenden gezeigten Messdaten aufgezeichnet und zur Analyse und Auswertung bereitgestellt hat.

⁴Hersteller: Bluefors Oy, Helsinki, Finnland.

⁵Hersteller: Henkel Loctite, Connecticut, USA.

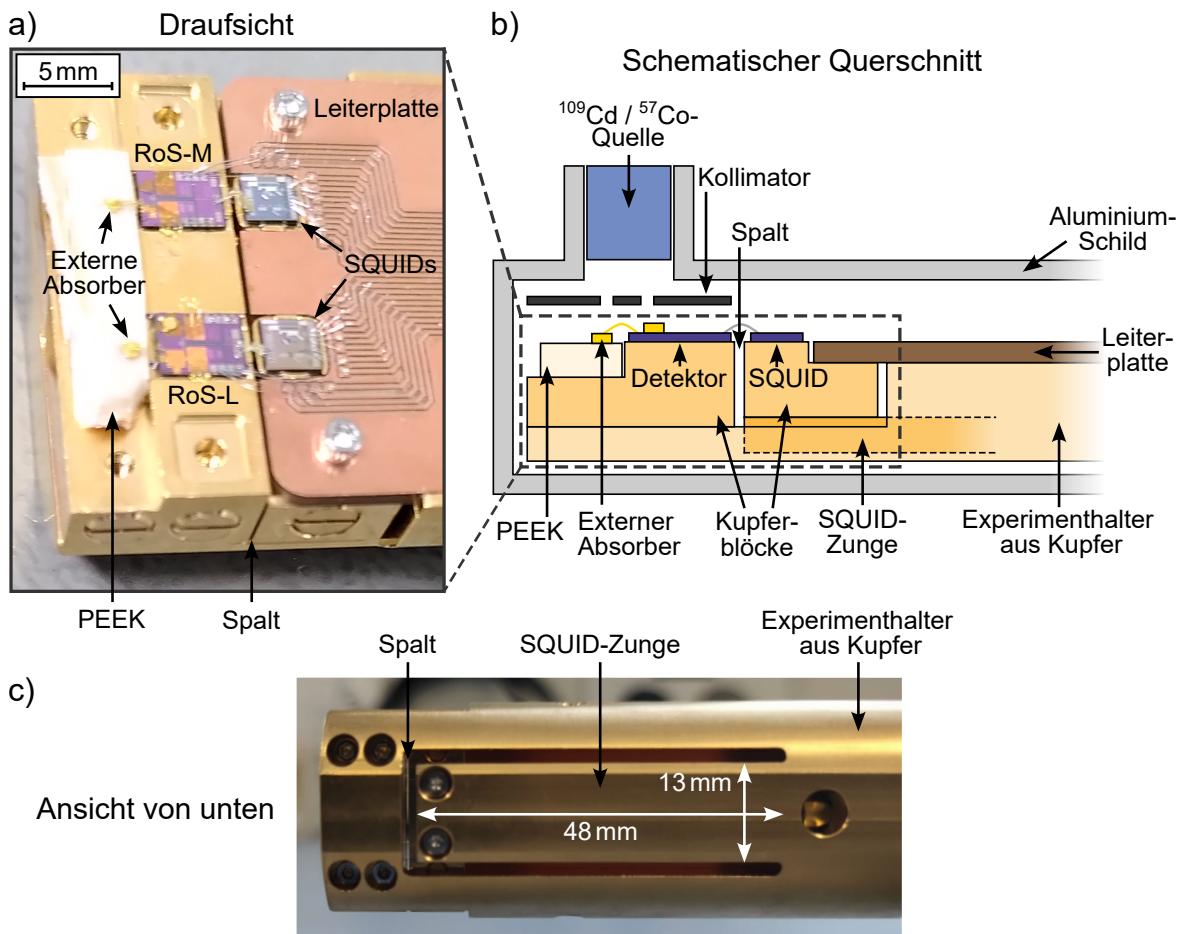


Abbildung 6.4: a) Fotografierte Draufsicht, b) schematischer Querschnitt und c) fotografierte Ansicht von der Unterseite des Messaufbaus für die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Messungen mit einem RoS-M- und einem RoS-L-Detektor. Die Detektor- und SQUID-Chips sind thermisch voneinander separiert, indem der Kupferblock mit aufgeklebten SQUID-Chips auf eine ausgefräste Zunge geschraubt ist, die über eine Länge von 48 mm von dem Vollmaterial des Experimenthalters abgekoppelt ist. Die Detektoren wurden mit einer externen ^{109}Cd - (RoS-M) beziehungsweise einer ^{57}Co -Kalibrationsquelle durch einen Kollimator bestrahlt.

In Tabelle 6.4 sind für alle Messkanäle die verwendeten Detektoren und die jeweilige Anordnung der Absorber angegeben. Im Falle des Reusable-Betriebsmodus dienten neun (Messkanal M-1) beziehungsweise acht (Messkanal L-1) Au-Bonddrähte⁶ mit einem Durchmesser von 25 μm für die thermische Kopplung zwischen Absorber und Detektorpixel. Die zylinderförmigen Absorber bestanden jeweils aus zwei miteinander verschweißten Au-Folien mit einem Durchmesser von 680 μm und einer Dicke von jeweils 100 μm . Da es sich lediglich um eine Messung zur Validierung der Detektorfunktionalität handelte, wurde keine radioaktive Quelle in die Absorber integriert, sondern externe Strahlungsquellen verwendet.

⁶Hersteller: Heraeus Electronics GmbH & Co. KG, Hanau, Deutschland. Der Draht besitzt die Herstellerbezeichnung „Au HD2“ und eine Reinheit von 99,99 %.

Messkanal	Detektorpixel	Absorberankopplung
M-1	RoS-M_B6_1	9 Au-Bonddrähte
M-2	RoS-M_B6_r	kein Absorber
L-1	RoS-L_I4_1	8 Au-Bonddrähte
L-2	RoS-L_I4_r	auf Sensor geklebt

Tabelle 6.4: Auflistung der Messkanäle für die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführte Messung mit den RoS-Detektoren. Die rechte Spalte gibt für jeden Messkanal an, ob und, wenn ja, wie ein externer Teilchenabsorber thermisch an das jeweilige Detektorpixel angekoppelt war.

Als Strahlungsquelle diente im Falle des RoS-M-Detektors eine ^{109}Cd - und im Falle des RoS-L-Detektors eine ^{57}Co -Kalibrationsquelle. Über den Detektoren war ein Kollimator angebracht, durch den nur die externen Absorber sowie die Detektorpixel bestrahlt wurden. Die zweistufigen SQUID-Aufbauten wurden, wie in Abschnitt 3.2.3 beschrieben, unter Verwendung einer XXF-1 Ausleseelektronik in Flussrückkopplung betrieben. Die Induktivität der Einkoppelpulse war für alle verwendeten Sensor-SQUIDs mit $L_{\text{in}} = 65 \text{ nH}$ angegeben. Die Gegeninduktivität zwischen Einkoppelpulse und Sensor-SQUID betrug im Mittel $1/M_{\text{is}} = (1,32 \pm 0,01) \mu\text{A}/\Phi_0$. Für die Digitalisierung der Detektorsignale diente, wie auch in dem in Abschnitt 3.3 beschriebenen Messaufbau, ein Struck SIS3316 Analog-Digital-Wandler, der mit einer Abtastrate von 125 MHz und einer Überabtastung mit dem Faktor 256 betrieben wurde. Die Ausgangsspannung des Analog-Digital-Wandlers wurde kontinuierlich aufgezeichnet und die Detektorsignale im Nachhinein mit einem in Python implementierten Algorithmus getriggert.

6.3.2 Magnetisierung des paramagnetischen Temperatursensors

Wie in Abschnitt 6.1 erläutert, besitzen die beiden Pixel eines RoS-Detektors eine Flächenasymmetrie von 95:100. Somit kann die temperaturabhängige Sensormagnetisierung in Form eines magnetischen Flusssignals im Sensor-SQUID gemessen werden. Die entsprechende Messung erfolgte durch Aufzeichnen der Ausgangsspannung des SQUID-Aufbaus während des Abkühlens der Experimentierplattform des Kryostaten von etwa 200 mK auf Basistemperatur. In Abbildung 6.5 sind die gemessenen Magnetisierungskurven⁷ der beiden RoS-Detektoren aus Tabelle 6.4 gegenüber der inversen Temperatur der Experimentierplattform des Kryostaten für verschiedene felderzeugende Dauerströme I_0 dargestellt. Bei beiden Detektortypen ist das in Abschnitt 2.3 beschriebene Verhalten der Magnetisierung zu beobachten, die für hohe Temperaturen ein annähernd lineares Verhalten nach dem Curie-Gesetz zeigt und proportional zum felderzeugenden Dauerstrom I_0 skaliert. Für tiefe Temperaturen geht die Magnetisierung in Sättigung. Das gemessene Flusssignal des RoS-L-Detektors ist entsprechend seiner größeren Sensorfläche höher als das des RoS-M-Detektors. Als gestrichelte Linie ist jeweils das berechnete Temperaturverhalten der Magnetisierung eingezeichnet, das unter Verwendung der numerisch berechneten thermodynamischen Eigenschaften des Sensormaterials aus

⁷Obwohl genau genommen nicht die Magnetisierung, sondern der temperaturabhängige magnetische Fluss im Sensor-SQUID gemessen wird, werden derartige Messdaten im weiteren Verlauf der Arbeit zur besseren Lesbarkeit dennoch als Magnetisierung bezeichnet.

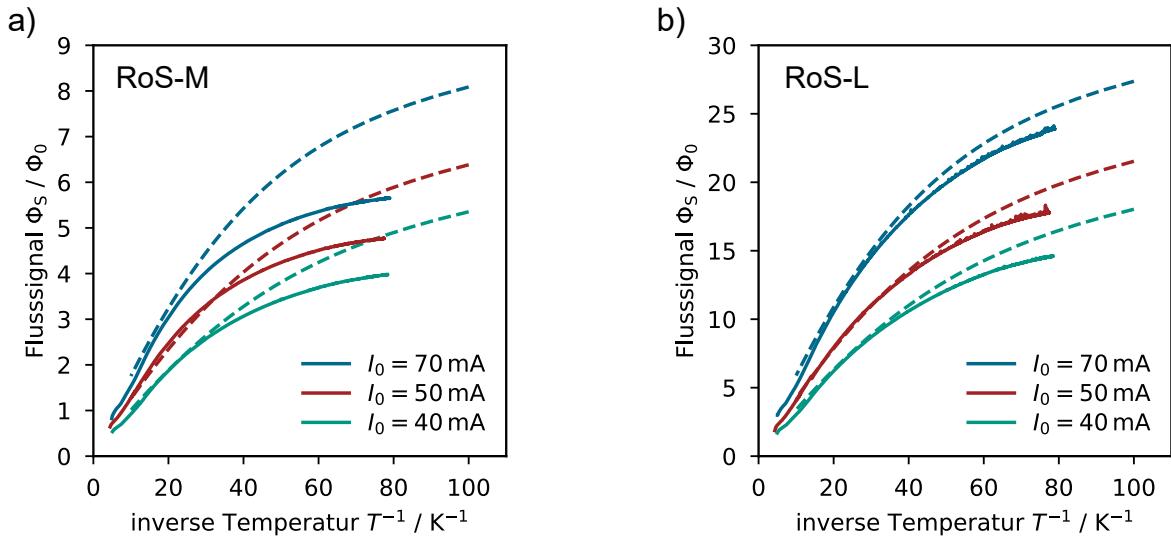


Abbildung 6.5: Gemessener Temperaturverlauf des magnetischen Flusses Φ_S im Sensor-SQUID der beiden Detektoren aus Tabelle 6.4 gegenüber der inversen Temperatur der Experimentierplattform des Kryostaten für verschiedene felderzeugende Dauerströme I_0 . Als gestrichelte Linien sind die zu erwartenden Verläufe eingezeichnet, die aus der numerisch berechneten Magnetisierung des Temperatursensors bestimmt wurden.

Abschnitt 2.3 bestimmt wurde. Dabei wurde, basierend auf der in Abschnitt 6.2 erläuterten Inhomogenität beim Sputtervorgang, die Sensorschichtdicke der verwendeten Detektorchips unter der Annahme einer gaußartig von der Wafermitte zum Waferrand abfallenden Depositionsraten abgeschätzt. Dies ergab im Falle des RoS-M-Detektors eine Schichtdicke des Sensors von $2,3\text{ }\mu\text{m}$ und im Falle des RoS-L-Detektors eine Schichtdicke von $2,6\text{ }\mu\text{m}$. Außerdem wurde eine Flächenasymmetrie der Sensorschichten von 91:100 für den RoS-M und 92:100 für den RoS-L-Detektor angenommen, um die beste Übereinstimmung der Theoriekurven mit den Messdaten zu erzielen. Für hohe Temperaturen ergibt sich bei beiden Detektortypen eine gute Übereinstimmung zwischen gemessener und berechneter Magnetisierung. Im Falle des RoS-M-Detektors ist jedoch im Bereich tiefer Temperaturen eine große Abweichung von den berechneten Verläufen zu erkennen. Dies weist darauf hin, dass der Detektor aufgrund von Wärmedissipation in seiner Umgebung aufgeheizt wird und daher nicht der Kryostattemperatur bis hin zu tiefen Temperaturen folgt. Im Falle des RoS-L-Detektors sind die gemessenen und berechneten Magnetisierungsverläufe im Gegensatz dazu auch bei tiefen Temperaturen in guter Übereinstimmung und es zeigt sich nur ein leichtes Abkoppeln der Chiptemperatur von der Kryostattemperatur. Grundsätzlich kann die Wärmedissipation des SQUID-Aufbaus zu einem Aufheizen des Detektorchips führen, falls die thermische Separation zwischen den Chips unzureichend ist. Insbesondere für die in dieser Messung verwendeten SQUID-Chips, die sowohl das Sensor-SQUID als auch das Verstärker-SQUID beinhalten, ist eine erhöhte Wärmedissipation im Gegensatz zu reinen Sensor-SQUID-Chips in unmittelbarer Nähe des Detektors zu erwarten. Ob die Wärmedissipation der verwendeten SQUIDs trotz der zur thermischen Separation verwendeten „SQUID-Zunge“

(vergleiche Abschnitt 6.3.1) für die Temperaturerhöhung des RoS-M-Detektors verantwortlich ist oder die Ursache für die Temperaturerhöhung an anderer Stelle liegt, ist nicht geklärt. Dass der RoS-M-Detektor deutlich stärker als der RoS-L-Detektor von der Wärmedissipation aufgeheizt wird, könnte mit seiner deutlich geringeren Wärmekapazität zusammenhängen (siehe Tabelle 6.2). Für die Betriebstemperaturen der Detektoren bei Basistemperatur des Kryostaten werden anhand der gemessenen Magnetisierungskurven Werte von etwa $T_0 \approx 24 \text{ mK}$ für den RoS-M-Detektor und $T_0 \approx 15 \text{ mK}$ für den RoS-L-Detektor angenommen, die in der folgenden Diskussion der gemessenen Signalformen berücksichtigt werden.

6.3.3 Signalform

An allen in Tabelle 6.4 aufgeführten Messkanälen wurden in der hier beschriebenen Messung Detektorpulse nachgewiesen, womit die grundsätzliche Funktionalität der beiden RoS-Detektortypen verifiziert werden konnte. Im Folgenden werden am Beispiel des RoS-M-Detektors von Messkanal M-1 die gemessenen Signalformen diskutiert. Die Messung wurde bei Basistemperatur des Kryostaten von $T \approx 11 \text{ mK}$ und mit einem für diese Temperatur optimalen felderzeugenden Dauerstrom von $I_0 = 80 \text{ mA}$ durchgeführt. Wie im vorangegangenen Abschnitt erläutert, ist von einer erhöhten Betriebstemperatur des Detektors gegenüber der Kryostattemperatur auszugehen.

In Abbildung 6.6 sind gemittelte Detektorsignale des RoS-M-Detektors infolge eines Energieeintrags von $E_0 = 22,1 \text{ keV}$ der K_α -Linie der ^{109}Cd -Kalibrationsquelle als Flussignal im Sensor-SQUID für eine Dauer von 5 ms und 0,5 ms nach Beginn des Signalanstiegs dargestellt. Bei den gemessenen Signalen kann zwischen zwei verschiedenen Detektionsereignissen unterschieden werden. Im ersten Fall (Absorber-Treffer) wurde die Energie im externen Absorber deponiert, der über neun Au-Bonddrähte mit einer Länge von jeweils etwa $l_b = 3 \text{ mm}$ mit dem Detektorpixel verbunden war. Daraufhin steigt das Detektorsignal mit einer Anstiegszeit von $\tau_{10-90} = 101 \mu\text{s}$ von 10 % auf 90 % seines Maximalwerts an. Hierbei limitiert der relativ geringe Wärmeleitwert der Au-Bonddrähte den Wärmefluss vom Absorber zur Sensorschicht des Detektors und führt zu einer langen Signalanstiegszeit. Anschließend fällt das Detektorsignal mit einer Zeitkonstante von $\tau_1 = 2,5 \text{ ms}$ auf den Ausgangswert zurück. Die Signalabfallszeit ist durch den Wärmeleitwert der thermischen Anbindung an das Wärmebad gegeben. Im zweiten Fall (Sensor-Treffer) wurde die Energie in der Sensorschicht des Detektors selbst oder in der darüberliegenden Thermalisierungsschicht deponiert. Dies führt zu einem sehr schnellen Signalanstieg, dessen Zeitkonstante mit der für die Messung gewählten, verhältnismäßig geringen Abtastrate von $f_{s,\text{mess}} = 244 \text{ kHz}$ nicht erfasst werden konnte. Zudem ist das Detektorsignal deutlich höher als im Falle eines Absorber-Treffers, da der Großteil der in den Detektor eingetragenen Energie zunächst in das System der magnetischen Momente fließt. Das Verhältnis der Signalhöhen von Absorber- und Sensor-Treffern ist daher in guter Näherung durch das Verhältnis der Sensorwärmekapazität zur Gesamtwärmekapazität des Detektors gegeben. Im Anschluss verteilt sich die Energie über die Au-Bonddrähte auf den externen Absorber, bis der Detektor thermalisiert ist.

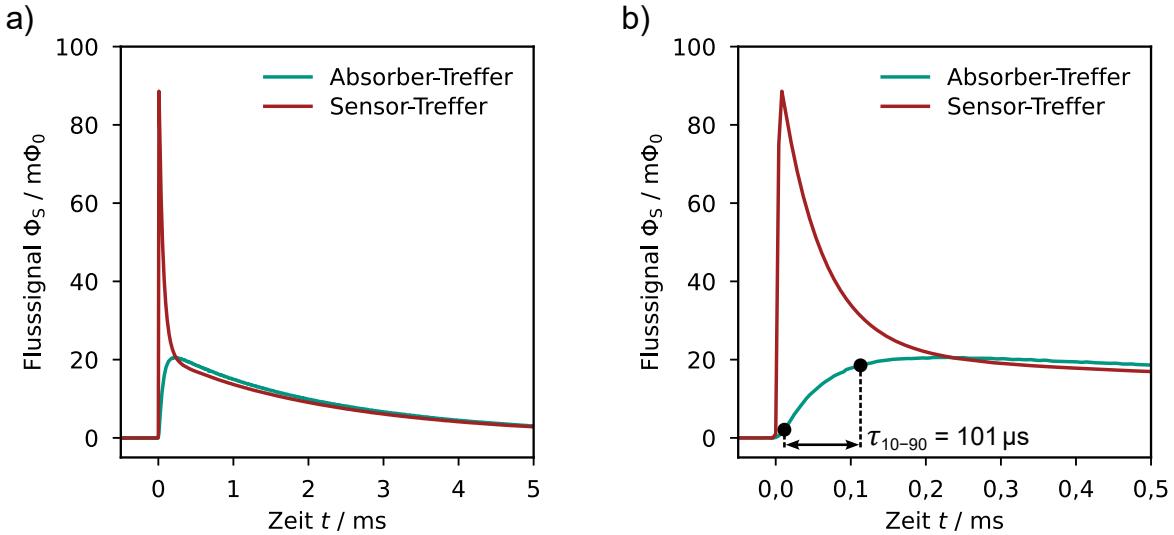


Abbildung 6.6: Gemittelte gemessene Detektorsignale des RoS-M-Detektors an Messkanal M-1 in einem Zeitraum von a) 5 ms und b) 0,5 ms nach Signalanstieg infolge eines Energieeintrags von $E_0 = 22,1$ keV. Es wird zwischen der Energiedeposition in den über Au-Bonddrähte an das Detektorpixel angekoppelten Absorber (Absorber-Treffer) und der Energiedeposition in unmittelbarer Nähe des Temperatursensors (Sensor-Treffer) unterschieden. Die Messung wurde mit einem felderzeugenden Dauerstrom von $I_0 = 80$ mA bei einer Temperatur der Experimentierplattform des Kryostaten von $T \approx 11$ mK durchgeführt.

siert ist. Da dies mit der gleichen Zeitkonstante stattfindet wie der Signalanstieg τ_{10-90} im Falle eines Absorber-Treffers, wird diese Zeitkonstante im Folgenden auch als Thermalisierungszeit des Detektors bezeichnet. Schließlich verlangsamt sich der Signalabfall auf die durch die thermische Anbindung an das Wärmebad vorgegebene Zeitkonstante und das Detektorsignal fällt auf seinen Ausgangswert zurück.

Die hier gemessene Signalanstiegszeit im Falle eines Absorber-Treffers ist aufgrund der verhältnismäßig schwachen thermischen Kopplung zwischen Absorber und Sensor gegenüber der bei der Optimierung des Detektors zu $\tau_0 = 1 \mu s$ angenommenen Anstiegszeit deutlich erhöht. Wie in Abschnitt 2.5.3 diskutiert, hängt die Energieauflösung eines magnetischen Mikrokalorimeters von der Signalanstiegszeit ab. Somit spielt die Konfiguration der Au-Bonddrähte zwischen Absorber und Detektorpixel eine entscheidende Rolle für die Performanz der RoS-Detektoren im Reusable-Betriebsmodus. Schnellere Anstiegszeiten ließen sich zum Beispiel durch eine Verkürzung der Bonddrähte und durch eine größere Anzahl paralleler Bonddrähte realisieren. Im Folgenden werden anhand von Simulationen Aussagen dazu getroffen, wie die Konfiguration der Bonddrähte für die gegebenen Randbedingungen im oben erläuterten Experiment die Signalform beeinflusst und welche Energieauflösung für einen solchen Detektor zu erwarten ist.

6.4 Simulation von Signalform und Energieauflösung

In diesem Abschnitt wird die Signalform eines RoS-M-Detektors mit externem, über Au-Bonddrähte angekoppeltem Absorber in Abhängigkeit der Bonddrahtkonfiguration simuliert und mit den im vorigen Abschnitt erläuterten Messergebnissen verglichen. Hierfür wird die in Kapitel 5 erläuterte Simulationsmethode verwendet.

6.4.1 Aufstellen der Zustandsraumdarstellung

Die Herleitung der Zustandsraumdarstellung eines RoS-Detektors erfolgt mit der in Abschnitt 5.2.1 beschriebenen Methodik. Hierfür wird der in Abbildung 6.7a) schematisch dargestellte Aufbau des Detektors verwendet. Dieser besteht, wie oben beschrieben, aus dem Temperatursensor, der mit einer Au-Thermalisierungsschicht abgedeckt ist. An die Thermalisierungsschicht ist über Au-Bonddrähte ein externer Absorber angekoppelt. Abbildung 6.7b) zeigt das entsprechende elektrische Ersatzschaltbild, in dem die einzelnen Komponenten des Detektors mit den folgenden Kapazitäten modelliert werden: externer Absorber C_a , Au-Bonddrähte C_b , sensornahes Elektronensystem $C_{e,s}$ und System der magnetischen Momente C_s . Das sensornahen Elektronensystem repräsentiert dabei die Summe der elektronischen Wärmekapazitäten der Thermalisierungs-

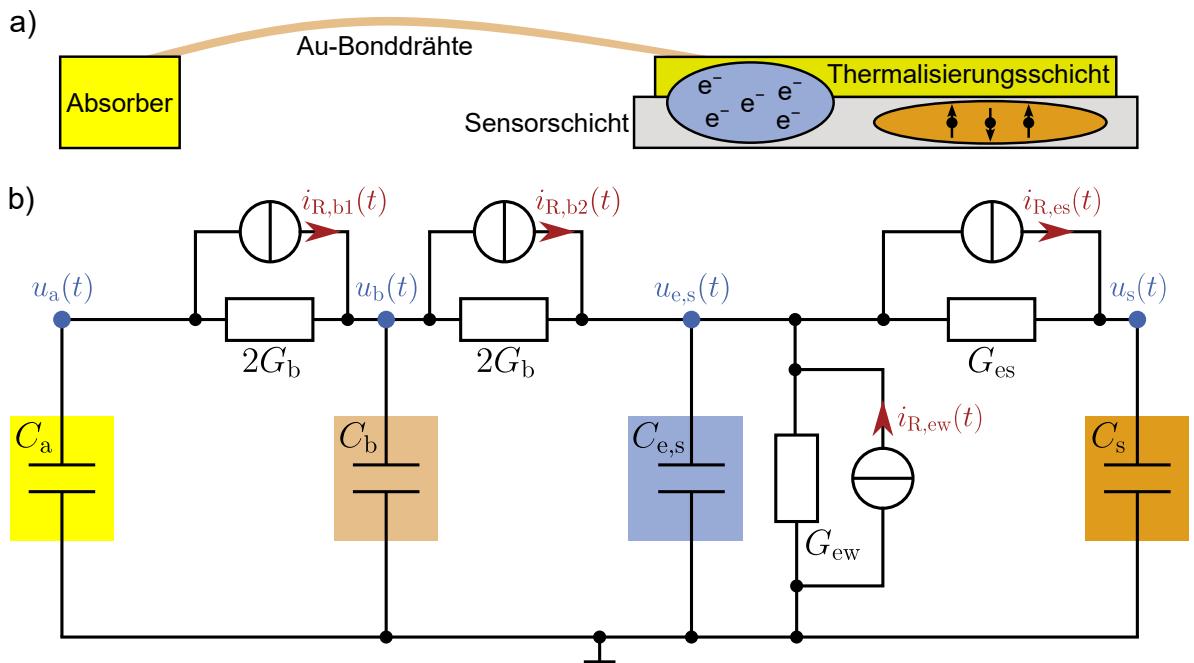


Abbildung 6.7: a) Schematischer Aufbau eines RoS-Detektors mit externem und über Au-Bonddrähte thermisch an das Detektorpixel angekoppeltem Absorber. b) Zugehöriges elektrisches Ersatzschaltbild eines RoS-Detektors. Die farbigen Detektorkomponenten aus a) besitzen die jeweils in b) in gleicher Farbe hinterlegten Kapazitäten. Die blau markierten Knotenpotentiale und die rot markierten Zweigströme wurden für die Herleitung der Zustandsraumdarstellung des Detektors genutzt.

schicht und der Ag:Er-Sensorschicht. Der Leitwert G_b der Bonddrähte ist auf zwei seriell verschaltete Leitwerte mit dem jeweiligen Wert $2G_b$ aufgeteilt, in deren Mitte ihre Kapazität C_b angeordnet ist. Somit ist die Kapazität C_b im Gegensatz zur Verwendung eines einseitig angeordneten Leitwerts G_b von den anderen Kapazitäten des Detektors separiert. Der Leitwert G_b sowie die Kapazität C_b sind proportional zur Anzahl n der parallel verschalteten Bonddrähte. Der Leitwert G_{es} modelliert die Wechselwirkung zwischen den sensornahen Elektronen und den magnetischen Momenten und der Leitwert G_{ew} die thermische Anbindung an das Wärmebad. Jeder Leitwert besitzt eine parallel verschaltete Stromquelle zur Modellierung thermodynamischer Energiefluktuationen. Der Wärmefluss vom Absorber in das darunterliegende Substrat, auf das der Absorber aufgeklebt ist, wird in der folgenden Betrachtung vernachlässigt.

In Abbildung 6.7b) sind die Zustandsvariablen des Systems in blauer und die Eingangsströme in roter Farbe markiert. Der Zustandsvektor $\vec{x}(t)$ und der Eingangssignalvektor $\vec{v}(t)$ der Zustandsraumdarstellung werden damit wie folgt definiert:

$$\begin{aligned}\vec{x}(t) &= \left(u_a(t) \quad u_b(t) \quad u_{e,s}(t) \quad u_s(t) \right)^T \\ \text{und } \vec{v}(t) &= \left(i_{R,b1}(t) \quad i_{R,b2}(t) \quad i_{R,ew}(t) \quad i_{R,es}(t) \right)^T.\end{aligned}$$

Analog zu dem in Abschnitt 5.2.1 beschriebenen Vorgehen kann die Systemmatrix A der Schaltung durch Aufstellen und Umformen der Knotengleichungen des Ersatzschaltbildes zu

$$A = \begin{pmatrix} -\frac{2G_b}{C_a} & \frac{2G_b}{C_a} & 0 & 0 \\ \frac{2G_b}{C_b} & -\frac{4G_b}{C_b} & \frac{2G_b}{C_b} & 0 \\ 0 & \frac{2G_b}{C_{e,s}} & -\frac{2G_b}{C_{e,s}} - \frac{G_{ew}}{C_{e,s}} - \frac{G_{es}}{C_{e,s}} & \frac{G_{es}}{C_{e,s}} \\ 0 & 0 & \frac{G_{es}}{C_s} & -\frac{G_{es}}{C_s} \end{pmatrix}$$

bestimmt werden. Die Steuermatrix B , die Beobachtungsmatrix C und die Durchschaltmatrix D ergeben sich zu

$$B = \begin{pmatrix} -\frac{1}{C_a} & 0 & 0 & 0 \\ \frac{1}{C_b} & -\frac{1}{C_b} & 0 & 0 \\ 0 & \frac{1}{C_{e,s}} & \frac{1}{C_{e,s}} & -\frac{1}{C_{e,s}} \\ 0 & 0 & 0 & \frac{1}{C_s} \end{pmatrix}, \quad C = \begin{pmatrix} 0 \\ 0 \\ 0 \\ 1 \end{pmatrix}^T \quad \text{und} \quad D = \begin{pmatrix} 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix}^T.$$

Um die hergeleitete Zustandsraumdarstellung für die Simulation der Detektorsignale zu nutzen, wurden die Kapazitäten und Leitwerte, wie im Folgenden beschrieben, anhand der Geometrie und den im Experiment verwendeten Betriebsparametern des RoS-M-Detektors berechnet.

Die Wärmekapazitäten des externen Absorbers C_a , der Bonddrähte C_b und des sensornahen Elektronensystems $C_{e,s}$ wurden unter Vernachlässigung der phononischen Wärmekapazität berechnet, die bei der Betriebstemperatur des Detektors gegenüber der elektronischen Wärmekapazität dieser Komponenten verschwindend gering ist. Hierfür wurde der Ausdruck $C = V\gamma T$ verwendet, wobei V das Volumen der jeweiligen Komponente, γ den Sommerfeld-Koeffizienten des jeweiligen Materials und T die Betriebstemperatur bezeichnet. Für die Bestimmung der Wärmekapazität des Systems der magnetischen Momente dienten die in Abschnitt 2.3 beschriebenen numerisch berechneten thermodynamischen Eigenschaften des Ag:Er-Sensormaterials unter Verwendung der mittels FEMM simulierten Magnetfeldverteilung in der Sensorschicht (vergleiche Abschnitt 2.4.1). Die Wärmeleitwerte der Au-Bonddrähte G_b und der thermischen Anbindung an das Wärmebad G_{ew} wurden mithilfe des Wiedemann-Franz-Gesetzes und der jeweiligen Geometrie berechnet, wobei analog zu Gleichung 6.1 das Restwiderstandsverhältnis RRR zur Berechnung des spezifischen Widerstandes bei tiefen Temperaturen verwendet wurde. Der Wärmeleitwert G_{es} zwischen dem sensornahen Elektronensystem und dem System der magnetischen Momente wurde so gewählt, dass sich für die Wechselwirkung zwischen den beiden Systemen die anhand der Korringa-Zeitkonstante τ_K berechnete Zeitkonstante $\tau_0 = (1 - \beta)\tau_K$ aus Gleichung 2.27 ergibt. Dabei bezeichnet $\beta = C_s/(C_e + C_s)$ die Relation der Wärmekapazität C_s des Systems der magnetischen Momente und der elektronischen Wärmekapazität C_e des Detektors. Unter Verwendung von Gleichung 2.26 ergibt sich für den Wärmeleitwert G_{es} der Ausdruck

$$G_{es} \simeq \frac{1}{\tau_0} \frac{C_e C_s}{C_e + C_s} = \frac{C_s}{\tau_K}, \quad (6.2)$$

der durch das Verhältnis aus der Wärmekapazität der magnetischen Momente C_s und der Korringa-Zeitkonstante τ_K gegeben ist.

Für die Berechnung der Kapazitäten und Leitwerte des Detektormodells wurde die Geometrie der einzelnen Schichten des RoS-M-Detektors der in Abbildung 6.2a) dargestellten technischen Zeichnung entnommen. Für die Schichtdicken wurden die in Tabelle 6.3 angegebenen Messwerte verwendet. Das Restwiderstandsverhältnis des Au-Bonddrahts $RRR = 34$ wurde in einer unabhängigen Messung an einem Draht des gleichen Herstellers bestimmt. Die Messung des Restwiderstandsverhältnisses der thermischen Anbindung an das Wärmebad $RRR = 9,4$ erfolgte, wie in Abschnitt 6.2 beschrieben, an einer Teststruktur des fabrizierten RoS-Detektorwafers. Die Umrechnung der simulierten Temperatursignale im System der magnetischen Momente in ein magnetisches Flusssignal im Sensor-SQUID erfolgte anhand der Gleichungen 2.13 und 2.16.

6.4.2 Simulation der Signalform

In Abbildung 6.8 sind erneut die gemessenen Detektorsignale des RoS-M-Detektors nach Absorber- und Sensor-Treffern aus Abschnitt 6.3.3 dargestellt. Außerdem sind Detektorsignale eingezeichnet, die anhand der im vorherigen Abschnitt hergeleiteten Zustandsraumdarstellung simuliert wurden. Dafür wurde der initiale Zustandsvektor im Falle eines Absorber-Treffers zu

$$\vec{x}_0 = \begin{pmatrix} E_0/C_a & 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}^T \quad (6.3)$$

und im Falle eines Sensor-Treffers zu

$$\vec{x}_0 = \begin{pmatrix} 0 & 0 & E_0/C_{e,s} & 0 \end{pmatrix}^T \quad (6.4)$$

gewählt, wobei $E_0 = 22,1\text{ keV}$ den Energieeintrag in den Detektor infolge der Absorption eines Photons der K_α -Linie der ^{109}Cd -Kalibrationsquelle bezeichnet. Die Simulation fand mit einer Abtastrate von $f_{s,\text{sim}} = 20\text{ MHz}$ und unter Vernachlässigung der thermischen Rauschquellen statt. Es ist zu erkennen, dass die gemessenen Signalformen durch die Simulation grundsätzlich gut wiedergegeben werden. Um die beste Übereinstimmung mit dem gemessenen Verhältnis der Signalamplituden von Absorber- und Sensor-Treffern und damit dem Verhältnis der Sensorwärmekapazität zur Gesamtwärmekapazität des Detektors zu erhalten, wurde bei der Simulation eine Betriebstemperatur des Detektors von $T_0 = 25,6\text{ mK}$ sowie eine um 14 % erhöhte Wärmekapazität des externen Absorbers angenommen. Die erhöhte Betriebstemperatur ist in guter

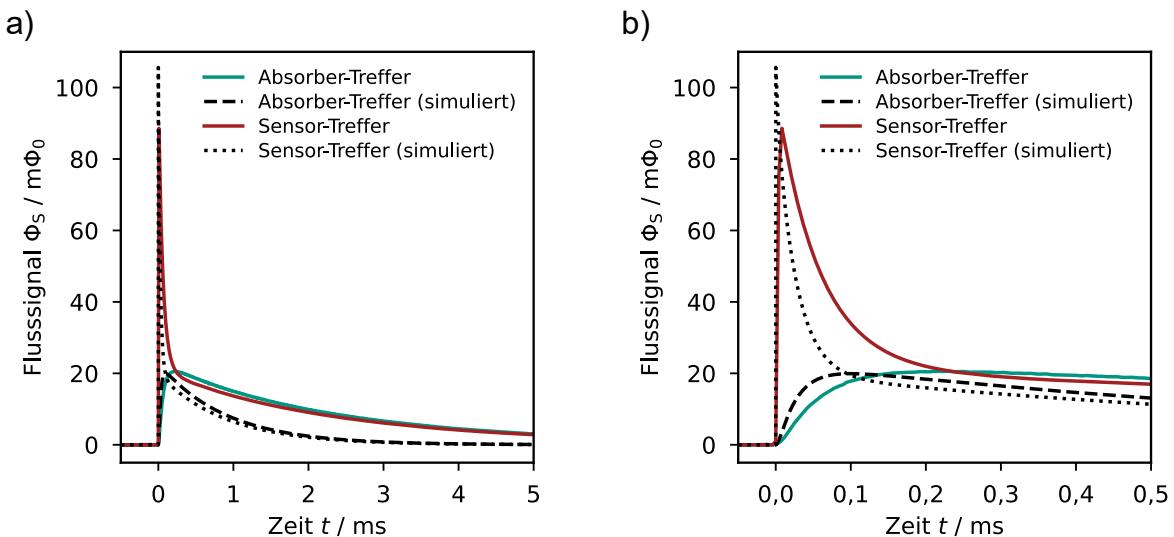


Abbildung 6.8: Gemittelte gemessene Detektorsignale des RoS-M-Detektors aus Abbildung 6.6 in einem Zeitraum von a) 5 ms und b) 0,5 ms nach dem Signalanstieg. In schwarzer Farbe ist die simulierte Signalform eines Absorber- und eines Sensor-Treffers eingezeichnet. Für die Simulation wurde ein Restwiderstandsverhältnis der Au-Bonddrähte zwischen Absorber und Detektor von $\text{RRR} = 34$ sowie ein Restwiderstandsverhältnis der thermischen Anbindung von Detektor zu Wärmebad von $\text{RRR} = 9,4$ angenommen.

Übereinstimmung mit der gemessenen Sensormagnetisierung in Abbildung 6.5, bei der ein Abkoppeln der Detektortemperatur gegenüber der Kryostattemperatur beobachtet wurde. Eine deutliche Diskrepanz zwischen den gemessenen und simulierten Signalen ist hinsichtlich ihrer Anstiegs- und Abfallszeiten zu beobachten. Diese werden von der Simulation in allen Fällen zu schnell vorhergesagt. Im Falle des schnellen Signalanstiegs infolge eines Sensor-Treffers kann dies mit der im Experiment vergleichsweise gering gewählten Abtastrate von $f_{s,mess} = 244 \text{ kHz}$ erklärt werden, mit der der Signalanstieg nicht erfasst werden kann, dessen Zeitkonstante vermutlich der Korringa-Zeitkonstante τ_K von wenigen 100 ns entspricht. Damit kann ebenfalls die leicht verringerte Amplitude der gemessenen Sensor-Treffer im Vergleich zu dem simulierten Verlauf erklärt werden. In allen anderen Fällen können die Diskrepanzen nur mit bei der Simulation zu groß angenommenen Leitfähigkeiten der Au-Bonddrähte und der thermischen Anbindung an das Wärmebad erklärt werden.

Abbildung 6.9 zeigt erneut gemessene und simulierte Detektorsignale, wobei die Leitfähigkeiten der Au-Bonddrähte und der thermischen Anbindung an das Wärmebad aus den oben genannten Gründen in der Simulation angepasst wurden. Um die im Experiment gemessene Thermalisierungszeit des Detektors zu erhalten, wurde das in der Simulation verwendete Restwiderstandsverhältnis der Au-Bonddrähte zwischen Absorber und Detektorpixel von $RRR = 34$ auf $RRR = 16$ reduziert. Der Wert von $RRR = 34$ wurde an einem Draht des gleichen Herstellers, jedoch von einer anderen Charge gemessen. Es ist daher möglich, dass der im Experiment verwendete Draht ein geringeres

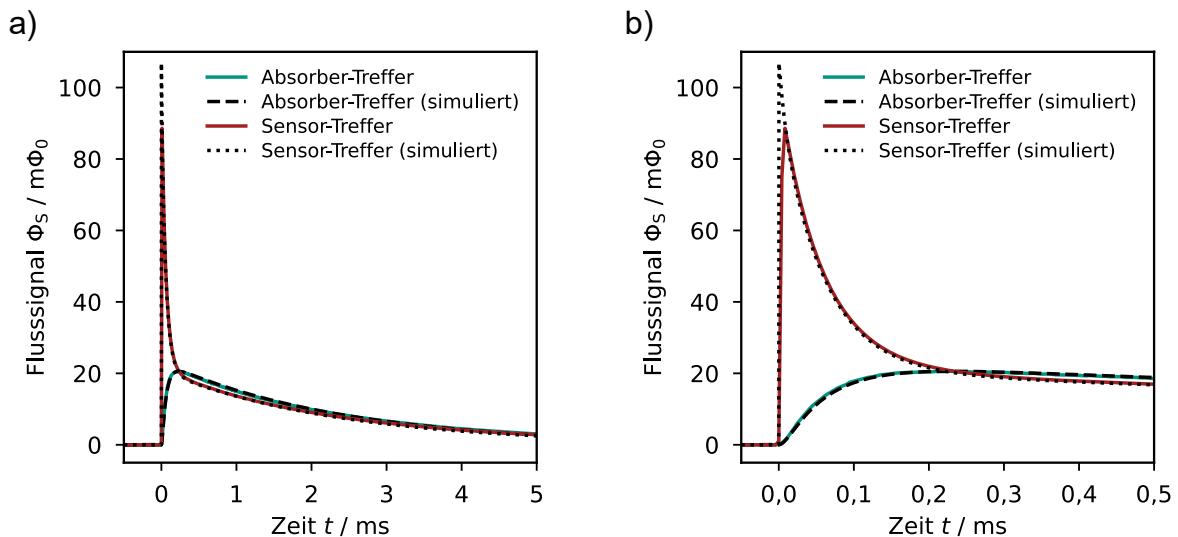


Abbildung 6.9: Gemittelte gemessene Detektorsignale des RoS-M-Detektors aus Abbildung 6.6 in einem Zeitraum von **a)** 5 ms und **b)** 0,5 ms nach dem Signalanstieg. In schwarzer Farbe ist die simulierte Signalform eines Absorber- und eines Sensor-Treffers eingezeichnet. Für die Simulation wurde ein Restwiderstandsverhältnis der Au-Bonddrähte zwischen Absorber und Detektor von $RRR = 16$ sowie ein Restwiderstandsverhältnis der thermischen Anbindung von Detektor zu Wärmebad von $RRR = 4,1$ angenommen.

Restwiderstandsverhältnis aufwies. Außerdem könnten unterschiedliche verwendete Parameter beim Ultraschall-Wedge-Wedge-Bonden Einfluss auf den Wärmeleitwert der Bonddrähte im Bereich der Bondstellen haben. Die simulierte Signalabfallszeit wurde an die Messdaten angepasst, indem das Restwiderstandsverhältnis der thermischen Anbindung an das Wärmebad von $RRR = 9,4$ auf $RRR = 4,1$ reduziert wurde. Diese Differenz könnte damit erklärt werden, dass sich die thermische Anbindung des im Experiment verwendeten Detektors in ihrer Geometrie und Positionierung auf dem fabrizierten Wafer von der Teststruktur unterscheidet, an der das Restwiderstandsverhältnis gemessen wurde. Wie bereits in Abschnitt 4.4 beschrieben, kann das Restwiderstandsverhältnis von galvanisch abgeschiedenen Au-Schichten von ihrer Geometrie abhängen. Es ist zu erkennen, dass mit den genannten Anpassungen eine hervorragende Übereinstimmung der simulierten Signalformen zu den gemessenen Signalformen erreicht werden kann. Dieser gewonnene Parametersatz für die Simulation des RoS-M-Detektors wird im Folgenden dazu verwendet, die Signalform und die Energieauflösung des Detektors für verschiedene Konfigurationen der Au-Bonddrähte vorherzusagen.

6.4.3 Detektorperformance in Abhängigkeit der Absorberankopplung

Es ist zu erwarten, dass die Signalform und die Energieauflösung eines RoS-Detektors mit über Au-Bonddrähte angekoppeltem Absorber stark von dem Wärmeleitwert G_b der Gesamtheit aller Au-Bonddrähte zwischen Absorber und Detektorpixel abhängen. Der im vorigen Abschnitt bestimmte Parametersatz, mit dem eine hohe Übereinstimmung der simulierten und gemessenen Signalformen erreicht werden konnte, wird im Folgenden für die Untersuchung dieser Abhängigkeit genutzt. Dazu wird die Anzahl der verwendeten Au-Bonddrähte zwischen Absorber und Detektorpixel von $n = 1$ bis $n = 30$ variiert. Die Geometrie eines Bonddrahts ist dabei auf die oben verwendeten Werte mit einem Durchmesser von $25\text{ }\mu\text{m}$ und einer Länge von $l_b = 3\text{ mm}$ festgelegt. Die Simulationen wurden mit einer Abtastrate von $f_{s,\text{sim}} = 2\text{ MHz}$ für ein Zeitfenster von $t_{\text{sim}} = 20\text{ ms}$ durchgeführt und anschließend mit einem Pretrigger-Bereich der Dauer $t_{\text{pt}} = 10\text{ ms}$ ergänzt (vergleiche Abschnitt 5.2.2).

In Abbildung 6.10a) sind simulierte Detektorsignale des RoS-M-Detektors nach einem Energieeintrag von $E_0 = 22,1\text{ keV}$ in den externen Absorber für verschiedene Bonddrahtanzahlen n als magnetisches Flusssignal im Sensor-SQUID dargestellt. Die Simulation der Signalformen wurde unter Vernachlässigung der thermischen Rauschquellen im Detektormodell aus Abbildung 6.7 durchgeführt. Abbildung 6.10b) zeigt die aus den Signalformen extrahierte Abhängigkeit der Signalanstiegszeit τ_{10-90} sowie der Pulshöhe von der verwendeten Bonddrahtanzahl. Unter Verwendung eines einzelnen Bonddrahts ($n = 1$) beträgt die Signalanstiegszeit $\tau_{10-90} = 410\text{ }\mu\text{s}$. Daraus resultiert eine Pulshöhe von etwa $11\text{ m}\Phi_0$, da der Wärmeleitwert G_b des Bonddrahts vergleichbar mit dem der thermischen Anbindung zum Wärmebad G_{ew} ist. Somit fließt bereits Wärme vom Temperatursensor in das Wärmebad, noch bevor der Detektor vollständig thermalisiert ist und Absorber und Sensor die gleiche Temperatur besitzen. Mit steigender Anzahl von

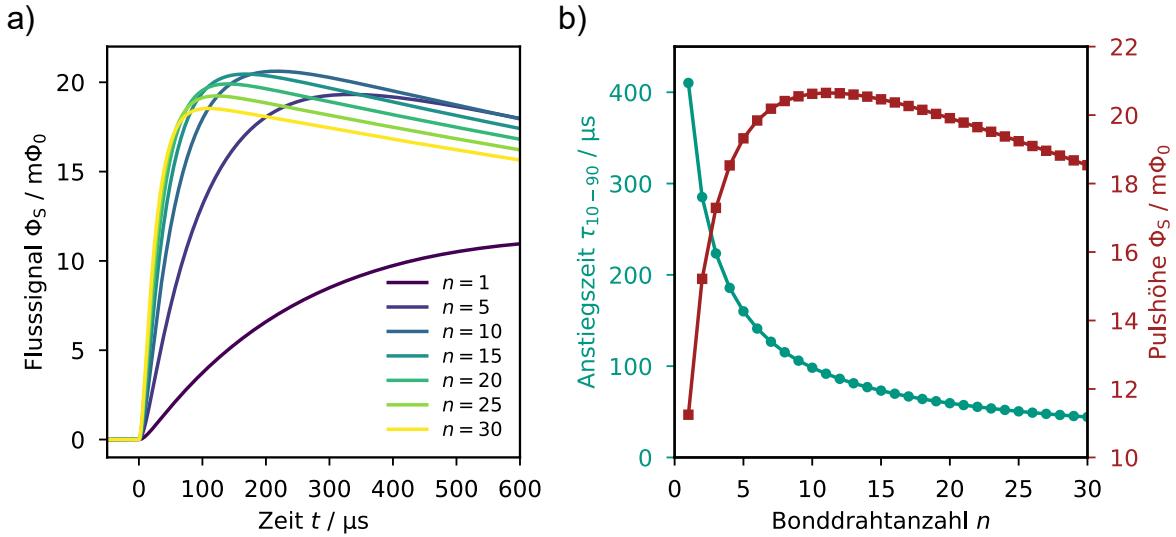
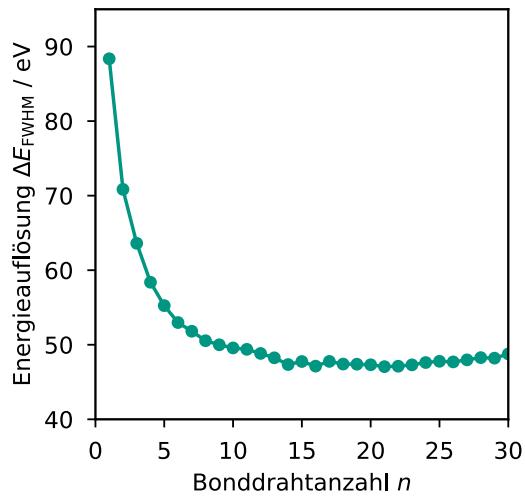


Abbildung 6.10: a) Simulierte Detektorsignale des RoS-M-Detektors als magnetischer Fluss Φ_S im Sensor-SQUID nach Deposition der Energie $E_0 = 22,1$ keV im externen Absorber für verschiedene Bonddrahtanzahlen n zwischen Absorber und Detektorpixel. b) Aus den simulierten Signalformen extrahierte Signalanstiegszeit τ_{10-90} und Pulshöhe in Abhängigkeit der Bonddrahtanzahl n . Die durchgezogenen Linien dienen der Veranschaulichung.

Bonddrähte nimmt die Signalanstiegszeit ab und erreicht für $n = 30$ einen Wert von $\tau_{10-90} = 44 \mu s$. Die Pulshöhe steigt zunächst an und erreicht ihren Maximalwert von etwa $21 m\Phi_0$ für $n = 11$. Mit weiter steigender Bonddrahtanzahl nimmt die Pulshöhe hingegen wieder ab, da die Wärmekapazität der Bonddrähte C_b einen signifikanten Beitrag zur Gesamtwärmekapazität des Detektors liefert. Diese besitzt für $n = 30$ einen Wert von $C_b = 81 \text{ pJ/K}$ und liegt damit zwar unter der Absorberwärmekapazität von $C_a = 152 \text{ pJ/K}$, übersteigt jedoch die Sensorwärmekapazität von $C_s = 47 \text{ pJ/K}$ deutlich.

In Abbildung 6.11 ist die anhand der in Abschnitt 5.2.4 beschriebenen Methodik simulierte Energieauflösung des RoS-M-Detektors in Abhängigkeit der Zahl der Bonddrähte n dargestellt. Für die Simulation der Energieauflösung wurden $N_{\text{sim}} = 10\,000$ einzelne Detektorsignale simuliert. Für einen einzelnen Bonddraht ($n = 1$) ergibt sich eine Energieauflösung von $\Delta E_{\text{FWHM}} = 88 \text{ eV}$. Mit steigender Anzahl von Bonddrähten verringert sich die Energieauflösung und erreicht für $n = 15$ einen Wert von etwa $\Delta E_{\text{FWHM}} = 47 \text{ eV}$. Die Verringerung der Energieauflösung ergibt sich aus der verkürzten Signalanstiegszeit, die durch den höheren Wärmeleitwert der Bonddrähte mit steigender Anzahl n zustande kommt. Die Verwendung einer noch größeren Zahl von Bonddrähten führt hingegen zu keiner nennenswerten Verbesserung der Energieauflösung, da die Signalanstiegszeit nicht mehr signifikant abnimmt (siehe Abbildung 6.10b). Zudem nimmt die parasitäre Wärmekapazität der Bonddrähte immer weiter zu und führt zu einer Verringerung der Pulshöhe. In Abbildung 6.11 deutet sich daher an, dass es sich um den Verlauf der Energieauflösung für Bonddrahtanzahlen zwischen $n = 10$ und $n = 30$ um ein breites Minimum handelt. Es ist zu erwarten, dass die Energieauflösung für höhere

Abbildung 6.11: Mit der in Abschnitt 5.2.4 beschriebenen Simulationsmethode bestimmte Energieauflösung ΔE_{FWHM} des RoS-M-Detektors im Reusable-Betriebsmodus in Abhängigkeit von der Anzahl n an Au-Bonddrähten zwischen dem externen Absorber und dem Detektorpixel. Es wurde eine Betriebstemperatur von $T_0 = 25,6 \text{ mK}$ sowie eine Länge $l_b = 3 \text{ mm}$ und ein Restwiderstandsverhältnis $\text{RRR} = 16$ der Au-Bonddrähte angenommen. Die durchgezogene Linie dient der Veranschaulichung.



Bonddrahtanzahlen und damit weiter erhöhter parasitärer Wärmekapazität der Bonddrähte wieder zunimmt. Da die Verwendung von mehr als 30 Bonddrähten auf den zur Verfügung stehenden Bondflächen des RoS-M-Detektors jedoch unrealistisch ist, wurde eine Simulation mit größeren Bonddrahtanzahlen nicht durchgeführt.

Aus der oben beschriebenen Simulation geht hervor, dass das Auflösungsvermögen des RoS-M-Detektors in der gegebenen Konfiguration auf einen Wert von $\Delta E_{\text{FWHM}} = 47 \text{ eV}$ begrenzt ist, der mit einer optimalen Bonddrahtanzahl von etwa $n = 15$ erreicht wird. Unter der Annahme einer deutlich schnelleren Signalanstiegszeit von $\tau_0 = 1 \mu\text{s}$ aber sonst identischen Betriebsparametern ergibt die Berechnung der Energieauflösung dieses Detektors anhand der bei der Detektoroptimierung in Abschnitt 6.1 verwendeten Methode einen Wert von $\Delta E_{\text{FWHM, theo}} = 30 \text{ eV}$. Daraus lässt sich schließen, dass die Verwendung des Reusable-Betriebsmodus zwar die Wiederverwendung des Detektors ermöglicht, jedoch aufgrund der schwächeren thermischen Kopplung zwischen Absorber und Sensor eine erhebliche Reduktion des Auflösungsvermögens bedeuten kann. In dem hier diskutierten Fall beläuft sich diese auf eine Verschlechterung der Energieauflösung um etwa 60 %. Für Messungen in der Radionuklidmetrologie ist die durch den Reusable-Betriebsmodus gegebene hohe Flexibilität ein entscheidender Vorteil, der die verschlechterte Energieauflösung aufwiegen kann. Anhand der hier vorgestellten Simulationsmethode kann je nach Detektorkonfiguration und Anwendungsfall eingeschätzt werden, ob der Einsatz des Single-use- oder des Reusable-Betriebsmodus sinnvoller ist.

6.5 Wiederverwendbarer Detektor mit geringer Wärmekapazität

Im Kontext der Aktivitätsstandardisierung in der Radionuklidmetrologie ist es wünschenswert, eine ganze Reihe von Detektoren zur Verfügung zu haben, die für die verschiedenen Energiebereiche der zu messenden Radionuklide optimiert sind. Ein ähnli-

ches Konzept wurde bereits in dem Vorläuferprojekt MetroBeta [Loi18a] verfolgt, in dem Zerfallsspektren von in externe Au-Teilchenabsorber integrierten β -Emittoren gemessen wurden. Hierfür wurden fünf verschiedene Detektortypen entwickelt, die für verschiedene Absorberwärmekapazitäten optimiert sind. Je nach Endpunktsenergie des zu messenden Radionuklids und der hieraus durch Simulationen abgeleiteten Absorberwärmekapazität kann so der passende Detektor ausgewählt werden. Basierend auf der in [Loi18a] angegebenen Absorberwärmekapazität von $C_a = 28 \text{ pJ/K}$ für eine Endpunktsenergie in der Größenordnung von 100 keV werden im Folgenden anhand von Simulationen die Auswirkungen des Reusable-Betriebsmodus auf die Performanz eines Detektors untersucht, der verglichen mit den in dieser Arbeit entwickelten RoS-Detektoren eine verhältnismäßig geringe Wärmekapazität besitzt. Dieser hypothetische Detektor wird im Folgenden als RoS-S-Detektor bezeichnet.

Die Geometrie und Betriebsparameter des RoS-S-Detektors wurden, wie auch bei den oben beschriebenen RoS-Detektoren, anhand von Optimierungsrechnungen unter der Annahme bestimmt, dass eine starke thermische Kopplung zwischen Absorber und Sensor vorliegt. Für eine Betriebstemperatur von $T_0 = 20 \text{ mK}$, eine Signalanstiegszeit von $\tau_0 = 1 \mu\text{s}$ und eine Signalabfallszeit von $\tau_1 = 1 \text{ ms}$ ergibt sich eine Energieauflösung von $\Delta E_{\text{FWHM, theo}} = 9,8 \text{ eV}$. Die optimale Sensorwärmekapazität beläuft sich auf $C_s = 26 \text{ pJ/K}$.

Für die Simulation des RoS-S-Detektors im Reusable-Betriebsmodus, in dem der Absorber thermisch über Au-Bonddrähte mit dem Detektorpixel gekoppelt ist, wurde das Restwiderstandsverhältnis der Bonddrähte erneut zu $\text{RRR} = 16$ angenommen. In Abbildung 6.12 ist die mit der in Abschnitt 5.2.4 beschriebenen Simulationsmethode bestimmte Energieauflösung für verschiedene Bonddrahtanzahlen zwischen $n = 1$ und $n = 30$ sowie für verschiedene Bonddrahtlängen l_b von 1 mm, 2 mm und 3 mm dargestellt. Die Simulationen wurden mit einer Abtastrate von $f_{s,\text{sim}} = 5 \text{ MHz}$ für ein Zeitfenster von $t_{\text{sim}} = 10 \text{ ms}$ durchgeführt und anschließend mit einem Pretrigger-Bereich der

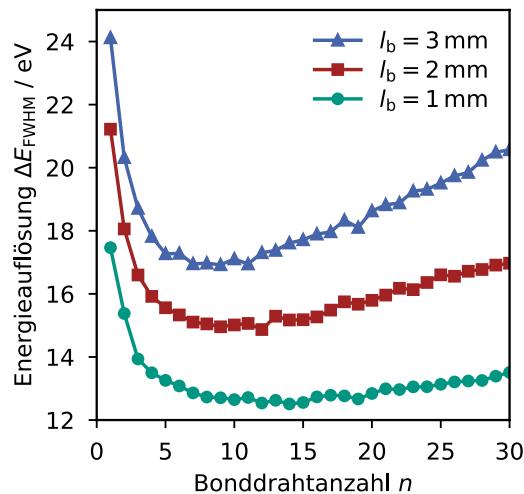


Abbildung 6.12: Mit der in Abschnitt 5.2.4 beschriebenen Simulationsmethode bestimmte Energieauflösung ΔE_{FWHM} des hypothetischen RoS-S-Detektors im Reusable-Betriebsmodus in Abhängigkeit der Länge l_b und der Anzahl n an Au-Bonddrähten zwischen dem externen Absorber und dem Detektorpixel. Es wurde eine Betriebstemperatur von $T_0 = 20 \text{ mK}$ und ein Restwiderstandsverhältnis der Au-Bonddrähte von $\text{RRR} = 16$ angenommen. Die durchgezogenen Linien dienen der Veranschaulichung.

Dauer $t_{\text{pt}} = 5 \text{ ms}$ ergänzt (vergleiche Abschnitt 5.2.2). Es ist zu erkennen, dass das Auflösungsvermögen des Detektors mit zunehmender Bonddrahtlänge l_b bei gleichbleibender Anzahl n abnimmt. Unter Verwendung eines einzigen Bonddrahts ergibt sich dabei eine Energieauflösung von $\Delta E_{\text{FWHM}} = 17,5 \text{ eV}$ für $l_b = 1 \text{ mm}$ und von $\Delta E_{\text{FWHM}} = 24 \text{ eV}$ für $l_b = 3 \text{ mm}$. Mit steigender Bonddrahtanzahl nimmt die Energieauflösung ab, da sich die Anstiegszeit der Detektorsignale, wie auch im vorigen Abschnitt beschrieben, mit dem erhöhten Wärmeleitwert zwischen Absorber und Sensor verkürzt. In dem Fall einer Bonddrahtlänge von $l_b = 3 \text{ mm}$ wird für $n = 9$ eine minimale Energieauflösung von $\Delta E_{\text{FWHM}} = 17 \text{ eV}$ erreicht. Mit weiter erhöhter Bonddrahtanzahl verschlechtert sich die Energieauflösung. Für diesen Fall handelt es sich bei der Bonddrahtanzahl von $n = 9$ um ein Optimum. Der Grund dafür ist, dass die parasitäre Wärmekapazität der Bonddrähte mit steigender Anzahl einen erheblichen Anteil der Gesamtwärmekapazität des Detektors ausmacht und daher zu einer signifikanten Verringerung der Pulshöhe führt. Im Falle von $n = 9$ führt diese mit $C_b = 19 \text{ pJ/K}$ zu einer Erhöhung der Gesamtwärmekapazität des Detektors um 35 %. Da die Wärmekapazität der Bonddrähte proportional zu ihrer Länge l_b skaliert, verringert die Verkürzung der Bonddrähte zum einen die optimale Energieauflösung des Detektors und führt zum anderen zu einer Verbreiterung des Minimums. Für eine Länge von $l_b = 1 \text{ mm}$ beträgt die minimale Energieauflösung etwa $\Delta E_{\text{FWHM}} = 12,5 \text{ eV}$, die für eine Bonddrahtanzahl von $n = 14$ erreicht wird. Das Auflösungsvermögen des Detektors ist somit lediglich um etwa 28 % gegenüber dem Fall verschlechtert, bei dem Absorber und Sensor stark miteinander gekoppelt sind. Sofern experimentell umsetzbar, ist es daher von Vorteil, den externen Absorber so nah wie möglich neben dem Detektorpixel zu platzieren. Eine zusätzliche Verbesserung des Auflösungsvermögens ist durch eine Erhöhung des Restwiderstandsverhältnisses der Bonddrähte zu erwarten, welches etwa durch vorheriges Glühen der Bonddrähte erreicht werden könnte.

Aus der obigen Simulation des hypothetischen RoS-S-Detektors geht hervor, dass die Konfiguration der Au-Bonddrähte zwischen Absorber und Detektorpixel einen erheblichen Einfluss auf die optimalen Betriebsparameter des Detektors haben kann. Entgegen der vereinfachten Annahme, dass eine Vielzahl von Bonddrähten eine Verkürzung der Signalanstiegszeit und damit nach Gleichung 2.32 eine Verbesserung der Energieauflösung zur Folge hat, wurde anhand der Simulationen gezeigt, dass sich aufgrund des parasitären Beitrags der Bonddrähte zur Gesamtwärmekapazität des Detektors eine optimale Bonddrahtanzahl einstellen kann. Dies gilt insbesondere für Detektoren mit geringer Wärmekapazität, die für die Messung von Radionukliden mit geringen Zerfallsenergien bestimmt sind. Es ist denkbar, dass die Anpassung der Sensorwärmekapazität an die Summe aus Absorber- und Bonddrahtwärmekapazität zu einer Verbesserung der Energieauflösung führt. Für zukünftige Detektorentwicklungen sollte daher die Bonddrahtkonfiguration anhand der in dieser Arbeit entwickelten Simulationsmethode mit in die Optimierung der Detektorgeometrie und -betriebsparameter einfließen. Es ist möglich, dass sich unter Einbeziehung der thermodynamischen Eigenschaften der Bonddrähte in die Optimierungsrechnungen eine gänzlich verschiedene optimale Detektorgeometrie ergibt. Für die zukünftige Entwicklung wiederverwendbarer magnetischer

Mikrokalorimeter, die regelmäßig zur Aktivitätsstandardisierung in der Radionuklidmetrie eingesetzt werden, könnte dies insbesondere die systematische Unsicherheit bei der Messung der Aktivität von Radionukliden mit niedrigen Zerfallsenergien verbessern.

7 Detektorarray für die Messung des Elektroneneinfang-Spektrums von ^{55}Fe

Wie in Kapitel 1 motiviert, wurde im Rahmen dieser Arbeit für das Projekt PrimA-LTD ein magnetisches Mikrokalorimeter für die Messung fundamentaler Zerfallsdaten des Radionuklids ^{55}Fe entwickelt. Die Messungen mit diesem Detektor zielen und ziehen insbesondere darauf ab, die Elektroneneinfang-Wahrscheinlichkeiten aus den verschiedenen Schalen des ^{55}Fe -Atoms präzise zu bestimmen. Um eine möglichst geringe Messunsicherheit dieser Wahrscheinlichkeiten zu erreichen, wird eine Detektionseffizienz größer 99,99 % für alle beim Zerfall entstehenden Teilchen im relevanten Energiebereich bis 6,5 keV benötigt. Dies bedingt die Integration der ^{55}Fe -Quelle in den Teilchenabsorber des magnetischen Mikrokalorimeters, der die Quelle mit hinreichend dickem Absorbermaterial in einer 4π -Detektionsgeometrie umschließt. Von einem Projektpartner durchgeführte Monte-Carlo-Simulationen unter Verwendung des Codes PENELOPE [Pen19] ergaben für die geforderte Detektionseffizienz eine Dicke des Absorbers aus Au von 12 μm in allen Raumrichtungen um die integrierte Quelle. Um zudem eine hinreichend niedrige Detektionsschwelle für die Beobachtung von Einfängen aus der M1-Schale mit einer freigesetzten Energie von 84 eV zu erhalten sowie die Einfänge aus den L-Unterschalen L1 (769 eV), L2 (651 eV) und L3 (640 eV) unterscheiden zu können, ist außerdem eine Energieauflösung des Detektors von $\Delta E_{\text{FWHM}} < 10 \text{ eV}$ notwendig. Zusätzlich sollte für die Messung des Zerfallsspektrums die ^{55}Fe -Quelle erstmals mittels Ionen-Implantation in die Teilchenabsorber des Detektors eingebracht werden. Im Gegensatz zu den konventionell in der Radionuklidmetrologie eingesetzten Präparationsmethoden sind von einer derartigen Quellenpräparation keine systematischen Verzerrungen des gemessenen Spektrums zu erwarten (diese Verzerrungen werden in Abschnitt 7.5.3 ausführlich erläutert). Von weiterem Interesse bei der Messung des ^{55}Fe -Elektroneneinfang-Spektrums war und ist die Untersuchung von Shake-Up- und Shake-Off-Effekten, die mit geringer Wahrscheinlichkeit auftreten. Dies bedingt eine Messung mit sehr hoher Statistik von bis zu 10^8 Ereignissen. Die Aktivität der Quelle in einem jeden Detektorpixel sollte gleichzeitig auf etwa 5 Bq beschränkt werden, um eine große Anzahl an Pile-Up-Ereignissen zu vermeiden. Ein Pile-Up-Ereignis bezeichnet das schnelle Aufeinanderfolgen zweier oder mehrerer Detektionsereignisse, deren Detektorpulse einander überlagern. Um die genannte Statistik in einer Messdauer von einigen Tagen zu erreichen, wurde ein Detektorarray gefordert, das 20 Teilchenabsorber mit implantiertter ^{55}Fe -Quelle besitzt.

In den folgenden Abschnitten wird die anhand der genannten Anforderungen und Ziele durchgeführte Optimierung des Detektorarrays sowie die darauf basierende techni-

sche Zeichnung erläutert. Anschließend folgt die ausführliche Beschreibung der Mikrofabrikation der Detektoren mit integrierter Quelle. Schließlich werden die Ergebnisse einer bei Millikelvin-Temperaturen durchgeführten Messung diskutiert, die zur Charakterisierung der Detektoreigenschaften sowie zur Aufnahme eines hochauflösenden ^{55}Fe -Elektroneneinfang-Spektrums dienten. Eine Beschreibung des Entwurfs des ^{55}Fe -Detektorarrays wurde bereits in einer wissenschaftlichen Fachzeitschrift vorveröffentlicht [Mü24a].

7.1 Optimierung und Entwurf des Detektorarrays

Die Geometrie der einzelnen Detektoren des ^{55}Fe -Detektorarrays wurde analog zu dem Vorgehen beim Entwurf der RoS-Detektoren in Abschnitt 6.1 optimiert. Auf Basis der oben genannten Rahmenbedingungen für die Detektionseffizienz, die geplante Aktivität der Quelle, die Integration der Quelle mittels Ionen-Implantation sowie die geforderte Energieauflösung wurden die Dimensionen des Absorbers zu $170\text{ }\mu\text{m} \times 170\text{ }\mu\text{m} \times 24\text{ }\mu\text{m}$ gewählt. Dies entspricht einer Absorberwärmekapazität von $C_a = 1\text{ pJ/K}$ bei einer Temperatur von $T = 20\text{ mK}$. In Tabelle 7.1 sind die weiteren Eingangsparameter für die Optimierungsrechnungen zusammengefasst. Wie im Falle der RoS-Detektoren wurde die Erbium-Konzentration des Ag:Er-Sensormaterials mit $x_{\text{Er}} = 475\text{ ppm}$ an den Mikrofertigungsprozess angepasst. Die Signalanstiegs- und Signalabfallszeiten wurden zu $\tau_0 = 1\text{ }\mu\text{s}$ beziehungsweise $\tau_1 = 1\text{ ms}$ angenommen. Der Rauschbeitrag der SQUID-Auslese basiert auf der Verwendung eines Sensor-SQUIDs vom Typ X1 der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt [Dru07], das mit einer XXF-1 Ausleseelektronik in einem zweistufigen SQUID-Aufbau betrieben wird.

In Tabelle 7.2 ist der aus den Optimierungsrechnungen extrahierte optimale Parametersatz eines Einzeldetektors des ^{55}Fe -Detektorarrays für eine Betriebstemperatur von $T_0 = 20\text{ mK}$ dargestellt. Dabei besitzt der Temperatursensor eine Schichtdicke von 500 nm sowie eine Fläche von $141\text{ }\mu\text{m} \times 141\text{ }\mu\text{m}$. Mit dem optimalen felderzeugenden Dauerstrom von $I_0 = 44\text{ mA}$ ergibt sich damit eine Sensorwärmekapazität von $C_s = 1\text{ pJ/K}$. Die Induktivität der vollflächig unter dem Temperatursensor befindlichen Detektionsspule wurde während der Optimierung, wie in [Fle05] beschrieben, anhand von Finite-Element-Berechnungen abgeschätzt und ergab sich für den optimalen Parametersatz zu $L_m = 0,9\text{ nH}$. Die berechnete Energieauflösung für diesen optimierten Einzeldetektor beträgt $\Delta E_{\text{FWHM}} = 1,95\text{ eV}$. Dies erfüllt mit großem Sicherheitsabstand die oben genannte Anforderung an die Energieauflösung von $\Delta E_{\text{FWHM}} < 10\text{ eV}$. Zusätzlich wurde die Performanz des Detektors bei verschiedenen Betriebstemperaturen abgeschätzt. Die Motivation dabei war zum einen, dass das ^{55}Fe -Detektorarray in den verschiedenen Kryostaten der Projektpartner betrieben werden sollte, die unterschiedliche Basistemperaturen erreichen. Zum anderen kann es dazu kommen, dass der Detektorchip aufgrund der Wärmedissipation der Sensor-SQUIDs nicht auf die Basistemperatur des Kryostaten abgekühlt und das ^{55}Fe -Detektorarray somit eine unerwünscht hohe Betriebstemperatur besitzt. Daher wurden die Optimierungsrechnungen mit der für $T_0 = 20\text{ mK}$ optimierten Geometrie für verschiedene Temperaturen wiederholt, wobei zur Optimierung eine

^{55}Fe -Detektorarray

Mäanderförmige (Nb)	Schichtdicke	250 nm
Detektionsspule	Linienbreite w	3 μm
	Mitte-zu-Mitte-Abstand p	6 μm
Isolation (SiO_2)	Schichtdicke	300 nm
Temperatursensor (Ag:Er)	Erbium-Konzentration x_{Er}	475 ppm
	Wechselwirkungsparameter α	12,5
	$1/f^\zeta$ -Rauschen $\sqrt{S_m}(1 \text{ Hz})$	$\sqrt{0,117} \mu\text{B}/\sqrt{\text{Hz}}$
	Exponent ζ des $1/f$ -Rauschens	0,9
Teilchenabsorber (Au)	Schichtdicke	24 μm
	Fläche	170 $\mu\text{m} \times 170 \mu\text{m}$
	Restwiderstandsverhältnis RRR	40
	Wärmekapazität C_a bei $T = 20 \text{ mK}$	1 pJ/K
Signalform	Anstiegszeit τ_0	1 μs
	Abfallszeit τ_1	1 ms

SQUID-Auslese

	Einkoppelspulen-Induktivität L_{in}	2 nH
	Stromsensitivität $1/M_{\text{is}}$	5,4 $\mu\text{A}/\Phi_0$
	Parasitäre Induktivität L_{par}	0,5 nH
SQUID-Rauschen	$1/f^\alpha$ -Rauschen $\sqrt{S_{\Phi_S,\text{SQ},1/f}}(1 \text{ Hz})$	$3 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$
	Exponent α des $1/f^\alpha$ -Rauschens	1
	Weißes Rauschen $\sqrt{S_{\Phi_S,\text{SQ},w}}$	$0,15 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$

Tabelle 7.1: Auflistung der Eingangsparameter für die Optimierungsrechnungen des ^{55}Fe -Detektorarrays. Die angegebene Fläche des Teilchenabsorbers ergibt sich aus dem Mittelwert der unteren und der oberen Absorberhälften.

Detektionsspule	Felderzeugender Dauerstrom I_0	44 mA
	Induktivität L_m	0,9 nH
Temperatursensor	Schichtdicke	500 nm
	Fläche	141 $\mu\text{m} \times 141 \mu\text{m}$
	Wärmekapazität C_s	1 pJ/K

Erwartete Energieauflösung ΔE_{FWHM} : 1,95 eV

Tabelle 7.2: Auflistung des berechneten optimalen Parametersatzes des ^{55}Fe -Detektorarrays, der die zu erwartende Energieauflösung unter den gegebenen Randbedingungen minimiert. Die Optimierung wurde mit den Parametern aus Tabelle 7.1 für eine Betriebstemperatur von $T_0 = 20 \text{ mK}$ durchgeführt.

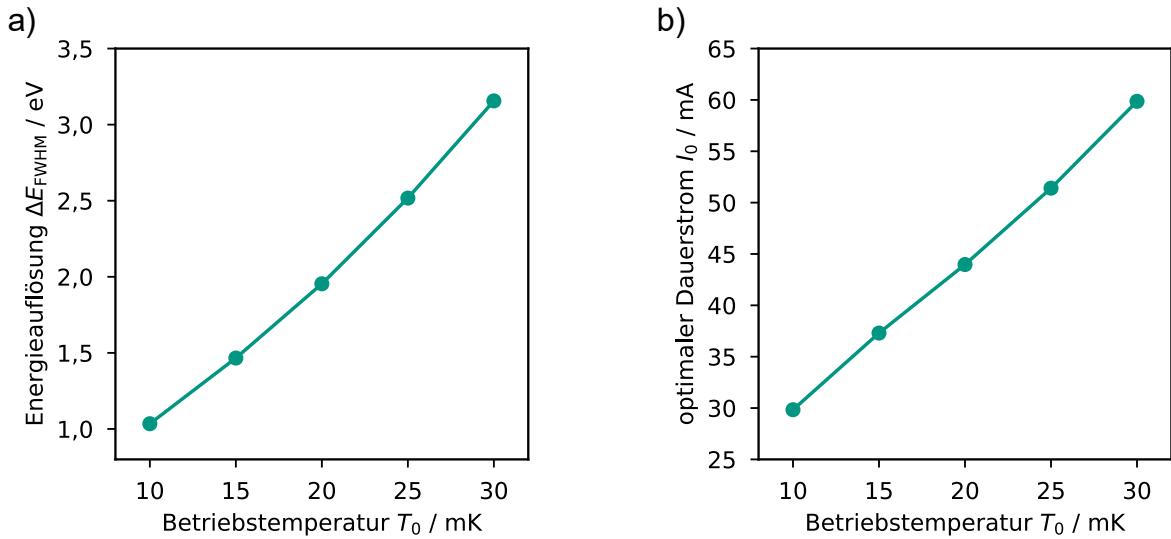


Abbildung 7.1: a) Erwartete Energieauflösung ΔE_{FWHM} eines Einzeldetektors des ^{55}Fe -Detektorarrays mit dem in den Tabellen 7.1 und 7.2 gelisteten Parametersatz für verschiedene Betriebstemperaturen T_0 . b) Zugehörige optimale Werte des felderzeugenden Dauerstroms I_0 in Abhängigkeit der Betriebstemperatur T_0 . Die durchgezogenen Linien dienen der Veranschaulichung.

Variation des felderzeugenden Dauerstroms, nicht aber der geometrieabhängigen Detektorparameter zugelassen wurde. In Abbildung 7.1 ist die erwartete Energieauflösung mit dem jeweils zugehörigen optimalen felderzeugenden Dauerstrom für Betriebstemperaturen zwischen $T_0 = 10$ mK und $T_0 = 30$ mK dargestellt. Es zeigt sich, dass selbst für eine relativ hohe Betriebstemperatur von $T_0 = 30$ mK eine noch weit innerhalb der Anforderungen liegende Energieauflösung von etwa $\Delta E_{\text{FWHM}} = 3,2$ eV zu erwarten ist. Das Absenken der Betriebstemperatur auf $T_0 = 10$ mK verbessert, wie zu erwarten, die Energieauflösung auf etwa $\Delta E_{\text{FWHM}} = 1,0$ eV. Der optimale felderzeugende Dauerstrom steigt mit höheren Temperaturen an, um die Verringerung der Sensorwärmekapazität aufgrund der Schottky-Anomalie auszugleichen (vergleiche Abbildung 2.3a).

Der mit den oben beschriebenen Optimierungsrechnungen bestimmte Parametersatz des ^{55}Fe -Detektorarrays wurde als Grundlage für den Entwurf einer technischen Zeichnung verwendet. Dabei wurde die Kompatibilität zu dem in Kapitel 4 beschriebenen Fabrikationsprozess für Teilchenabsorber mit mittels Ionen-Implantation integrierter Quelle gewährleistet. In Abbildung 7.2 ist die Zeichnung eines Gesamtchips, eines Einzelchips und eines Einzeldetektors dargestellt. Dabei enthält ein Gesamtchip ein vollständiges ^{55}Fe -Detektorarray, das aus insgesamt 16 Einzeldetectoren mit jeweils 2 Detektorpixeln besteht. Ein Gesamtchip kann wahlweise in vier unabhängige Einzelchips separiert werden, auf denen sich jeweils 4 Einzeldetectoren befinden.

Abbildung 7.2c) zeigt einen aus zwei Detektorpixelen bestehenden Einzeldetektor, der von einem einzelnen SQUID ausgelesen wird. Im Falle des linken Pixels ist der Teilchenabsorber aus Gründen der Anschaulichkeit nicht eingezeichnet. In Abbildung 7.2d) ist

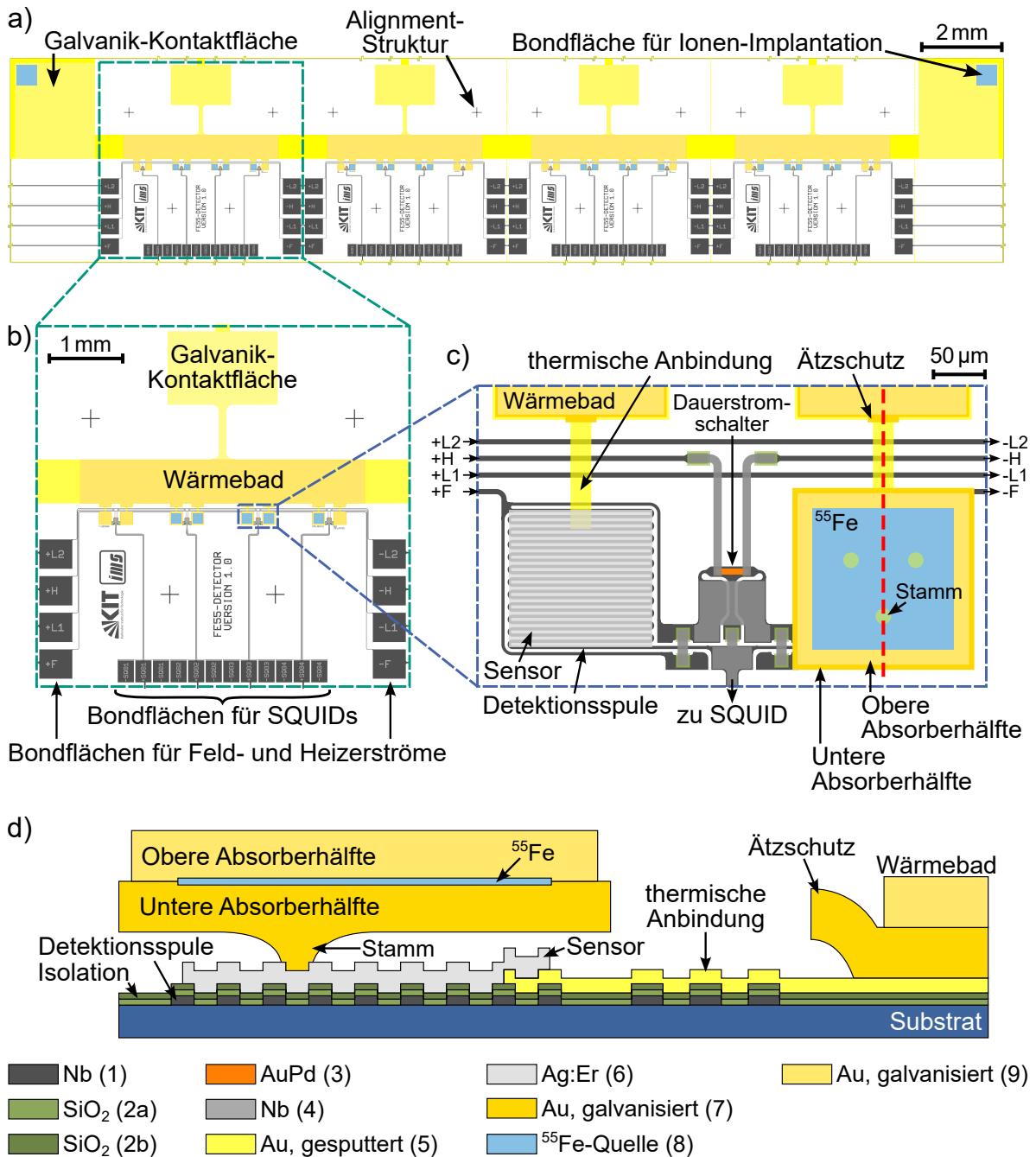


Abbildung 7.2: Technische Zeichnung des ⁵⁵Fe-Detektorarrays in verschiedenen Ansichten:
a) Gesamtchip, **b)** Einzelchip und **c)** einzelner Detektor. Die Legende ordnet den verschiedenen Schichten das jeweils verwendete Material zu. Die Nummer in Klammern bezieht sich jeweils auf die Schichtnummer aus Tabelle 7.3. Die beiden Isolationsschichten sind invertiert gezeichnet, das heißt, die gezeichneten Bereiche werden von Isolation ausgespart. Aus Gründen der Übersichtlichkeit sind die Zeichnungen der Isolationsschichten auf den Bondflächen nicht dargestellt. **d)** Nicht maßstabsgetreuer, skizziertes Querschnitt eines Detektorpixels entlang der roten gestrichelten Linie in c).

außerdem ein skizziertes Querschnitt eines Detektorpixels entlang der roten gestrichelten Linie in Abbildung 7.2c) dargestellt. Ein Pixel besteht aus einer rechteckförmigen Schicht des Sensormaterials Ag:Er mit der Fläche $138 \mu\text{m} \times 132 \mu\text{m}$, die zur Anpassung an die darunterliegende Detektionsspule einen geringfügig anderen Wert als den in Tabelle 7.2 angegebenen besitzt. Durch das verringerte Sensorvolumen ergibt sich bei der Betriebstemperatur von $T_0 = 20 \text{ mK}$ eine leicht verringerte Sensorwärmekapazität von $C_s = 0,9 \text{ pJ/K}$ für die in Tabelle 7.2 angegebenen Randbedingungen. Die Sensorschicht ist über einen Steg aus Au schwach thermisch an das Wärmebad angebunden. Die Dimensionen des Stegs wurden unter Verwendung von Gleichung 6.1 so gewählt, dass sich für eine Betriebstemperatur von $T = 15 \text{ mK}$ eine Signalabfallszeit von $\tau_1 = 1 \text{ ms}$ ergibt. Da unter dem Steg Streifen der 250 nm dicken unteren Nb-Schicht verlaufen, wurde die Schichtdicke des Stegs auf $d = 400 \text{ nm}$ festgelegt, um die Kontinuität der thermischen Anbindung zu gewährleisten. Da es sich um eine gesputterte Au-Schicht handelt, wurde ein Restwiderstandsverhältnis von $\text{RRR} = 2$ angenommen. Daraus resultieren die Dimensionen des Stegs zu einer Länge von $l = 87,25 \mu\text{m}$ und einer Breite von $b = 20 \mu\text{m}$. Die Sensorschicht befindet sich vollflächig auf der von zwei SiO_2 -Schichten isolierten mäanderförmigen Detektionsspule aus Nb. Die Windungen der Detektionsspule sind, wie bereits bei den RoS-Detektoren in Abschnitt 6.1 beschrieben, rund ausgeführt, um eine Unterdrückung des kritischen Stroms aufgrund des Current-Crowding-Effekts zu vermeiden. Aus ähnlichem Grund verläuft die Detektionsspule vollständig in der unteren Nb-Schicht, da so vertikale Durchkontaktierungen (Vias) in die obere Nb-Schicht vermieden werden können, die gemäß Erfahrungen in der Arbeitsgruppe ebenfalls zu einer Verringerung des kritischen Stroms führen und eine Limitierung des maximal präparierbaren felderzeugenden Dauerstroms darstellen können. Die Dimensionen des Heizer-basierten Schalters aus AuPd zur Präparation des felderzeugenden Dauerstroms wurden, wie auch bei den RoS-Detektoren, so gewählt, dass sich ein normalleitender Widerstand von etwa 9Ω bei kryogenen Temperaturen ergibt.

Der auf der Sensorschicht befindliche quadratische Teilchenabsorber besteht, wie oben beschrieben, aus zwei nacheinander galvanisierten Au-Schichten, zwischen denen die ^{55}Fe -Quelle auf einer Fläche von $136 \mu\text{m} \times 136 \mu\text{m}$ implantiert ist. Die untere Absorberhälfte wurde mit einer Kantenlänge von $175 \mu\text{m}$ bewusst größer dimensioniert als die obere Absorberhälfte mit einer Kantenlänge von $165 \mu\text{m}$, um eine Toleranz gegenüber möglichen Ungenauigkeiten in der Fotolithografie zu gewährleisten. Der Absorber ist freistehend auf drei Stämmen mit einem Durchmesser von jeweils $15 \mu\text{m}$. Damit ergibt sich die Kontaktfläche zwischen Absorber und Sensor zu etwa 3 % der Sensorfläche. Wie in Abbildung 4.5 gezeigt, ermöglicht der im Rahmen dieser Arbeit entwickelte Fabrikationsprozess deutlich kleinere Stammdurchmesser von lediglich $5 \mu\text{m}$. Die Verwendung dünnerer Stämme würde zwar den Verlust athermischer Phononen weiter verringern, könnte jedoch während der zusätzlichen Fabrikationsschritte bei der Herstellung der Absorber mit implantiertener ^{55}Fe -Quelle aufgrund der erhöhten Instabilität zu dem Abreißen der Absorber führen. Um dieses Risiko zu vermeiden, wurde sich für das ^{55}Fe -Detektorarray für den zuverlässigeren Fabrikationsprozess mit Stammdurchmessern von $15 \mu\text{m}$ entschieden. Wie in Abschnitt 4.5 beschrieben, wird bei der Herstellung

der unteren Absorberhälfte die Au-Keimschicht nassgeätzt. Dabei ist es wichtig zu beachten, dass der Steg der thermischen Anbindung am Übergangspunkt zum Wärmebad durch diesen Ätzschritt vom Wärmebad abgetrennt werden kann. Daher wurde eine in Abbildung 7.2c) als Ätzschutz bezeichnete, $5\text{ }\mu\text{m}$ lange Erweiterung der galvanisierten Au-Schicht des Wärmebads über den Steg eingeführt, die verhindert, dass die Ätzelösung den Steg angreifen kann.

In Abbildung 7.2b) ist ein Einzelchip dargestellt, auf dem vier der oben beschriebenen Einzeldetektoren angeordnet sind. Die Sensorschichten der beiden mittleren Detektoren sind symmetrisch ausgeführt und ihre Absorber sind mit ^{55}Fe implantiert. Beim rechten Detektor hingegen ist einer der Detektorpixel ohne ^{55}Fe -Quelle ausgeführt, um dieses für die Messung eines Hintergrundspektrums nutzen zu können. Der linke Detektor des Chips besitzt keinerlei ^{55}Fe und die Sensorflächen der Detektorpixel sind mit einem Verhältnis von 9:10 leicht asymmetrisch ausgeführt. Dies ermöglicht, wie in Abschnitt 2.4.3 erläutert, das Aufzeichnen von Temperaturfluktuationen des Chips. Die Leitungen zur Auslese aller Detektoren führen zu einer Reihe von Bondflächen an der unteren Chipkante, wo sie mit einem SQUID-Chip verbunden werden können. Die Verbindung eines Detektors mit der Einkoppelpulse des zugehörigen Sensor-SQUIDs besteht hierbei jeweils aus drei Bondflächen, wobei zwei $-\text{SQ}$ -Verbindungen die in der Mitte angeordnete $+\text{SQ}$ -Verbindung umgeben. Wie in [Man21b] beschrieben, lässt sich so der Einfluss von externen magnetischen Störfeldern auf das gemessene Detektorsignal verringern. Die Detektionsspulen und Dauerstromschalter aller Detektoren sind seriell verschaltet und können über die Bondflächen $\pm\text{F}$ beziehungsweise $\pm\text{H}$ an den Seiten des Chips für die Präparation des felderzeugenden Dauerstroms bestromt werden. Wie auch im Falle der RoS-Detektoren ermöglichen die Rückleitungen $\pm\text{L1}$ und $\pm\text{L2}$ das Zurückschleifen der Feld- und Heizerströme, sodass der Chip nur von einer Seite beschaltet werden kann.

Abbildung 7.2a) zeigt einen Gesamtchip, bestehend aus vier seriell angeordneten Einzelchips. Ein solcher Gesamtchip nutzt die verfügbare Fläche zur Ionen-Implantation im RISIKO-Massenseparator [Kie19] effektiv aus, was die Integration von ^{55}Fe in alle Absorber des Chips in einem einzelnen Implantationsvorgang ermöglicht. Alle Detektorpixel sind entlang einer geraden Linie angeordnet, die zentral über dem Chip verläuft, wodurch ein einfacher Implantationspfad für den ^{55}Fe -Ionenstrahl gewährleistet wird. Während der Ionen-Implantation kann der Chip über dafür vorgesehene Bondflächen elektrisch geerdet werden, um eine elektrostatische Aufladung des Chips zu verhindern. Für den Fabrikationsprozess wurde vorgesehen, dass acht Gesamtchips auf einem 2 Zoll-Wafer bis zur unteren Absorberhälfte hergestellt und die anschließende Ionen-Implantation sowie die galvanische Abscheidung der oberen Absorberhälfte auf den vereinzelten Gesamtchips stattfindet. Für den Galvanikprozess besitzt jeder Gesamtchip an den beiden langen Enden Kontaktflächen für die elektrische Kontaktierung des Wärmebads beziehungsweise der Detektorpixel. Zusätzlich besitzt jeder Einzelchip eine eigene Kontaktfläche, falls die Galvanik an einem Einzelchip durchgeführt werden muss. Auf dem Gesamtchip sind Alignment-Strukturen verteilt, die während der Fotolithografie für die Ionen-Implantation und die galvanische Abscheidung der oberen Absorberhälfte verwendet werden.

7.2 Mikrofabrikation

Die Mikrofabrikation der ^{55}Fe -Detektorarrays wurde auf Si(100)-Wafern der Größe 2 Zoll und der Dicke 279 µm durchgeführt. Die Wafer waren zur elektrischen Isolation vollflächig mit einer thermisch erzeugten SiO_2 -Schicht mit einer Dicke von 250 nm beschichtet. Die Fabrikation fand mit Ausnahme der Deposition des Sensormaterials Ag:Er vollständig in der Technologieabteilung des Instituts für Mikro- und Nanoelektronische Systeme statt. Im Folgenden wird die Herstellung aller Schichten im Detail beschrieben. Insgesamt wurden vier Chargen hergestellt, die mit den internen Bezeichnungen Fe55-MMC-w1 bis Fe55-MMC-w4 benannt wurden. Jede Charge umfasste acht der in Abbildung 7.2a) dargestellten Gesamtchips mit den Bezeichnungen LD, LC, LB, LA, RA, RB, RC und RD. Falls vorhanden, wird im Text auf Unterschiede bei der Prozessierung der einzelnen Chargen hingewiesen. In Tabelle 7.3 ist die Schichtreihenfolge bei der Mikrofabrikation zusammengefasst. Die angegebenen Ist-Schichtdicken wurden

Schicht	Material	Soll-Dicke	Ist-Dicke	Verfahren	Struktur
1	Nb	250 nm	242 nm	RIE oder ICP-RIE	Detektionsspulen und untere Verdrahtung
2a	SiO_2	150 nm	167 nm	Lift-Off	
2b	SiO_2	150 nm	171 nm	Lift-Off	Elektrische Isolation
3	AuPd	127 nm	106 nm	Lift-Off	Heizelement des Dauerstromschalters
	Nb	~ 2 nm			
4	Nb	600 nm	595 nm	Lift-Off	Obere Verdrahtung
5	Nb	~ 2 nm	373 nm	Lift-Off	Detektor-Thermalisierung
	Au	400 nm			
6	Ag:Er	500 nm	577 nm	Lift-Off	Paramagnetischer Sensor
	Au	100 nm			
7	Au	80 nm			Untere Absorberhälfte auf Stämmen
	Au	12 µm	11,3 µm	Galvanik	
8	^{55}Fe	Ziel-Aktivität: 5 Bq		Ionen-Implantation	Integrierte radioaktive Quelle
	Au	100 nm			
9	Au	12 µm	12,7 µm	Galvanik	Obere Absorberhälfte

Tabelle 7.3: Zusammenfassung der Schichtreihenfolge bei der Mikrofabrikation des in dieser Arbeit entwickelten ^{55}Fe -Detektorarrays mit in die Teilchenabsorber implantiert ^{55}Fe -Quelle. Die Ist-Schichtdicken der einzelnen Schichten wurden auf einem Chip von Charge Fe55-MMC-w4 gemessen, der sich am Rand des zur Herstellung verwendeten 2 Zoll großen Si-Wafers befand.

mit einem Dektak XT Stylus Profilometer auf einem Testchip der Charge Fe55-MMC-w4 gemessen, der sich am Rand des 2 Zoll-Wafers befand. Die Deposition einer Schicht mithilfe eines dc-Magnetron-Sputterverfahrens führt üblicherweise zu einem inhomogenen Schichtdickenprofil auf dem Wafer, wobei die Schichtdicke am Rand gegenüber der Schichtdicke in der Mitte des Wafers verringert ist. Eine hier angegebene verringerte Ist-Schichtdicke gegenüber der Soll-Schichtdicke ist daher in vielen Fällen auf diese Inhomogenität zurückzuführen. Die Ist-Schichtdicke der oberen Absorberhälfte (Schicht 9) wurde auf dem Gesamtchip Fe55-MMC-w4-RC bestimmt. Sofern nicht anders angegeben, wurde das Substrat während einer Sputterdeposition mithilfe des Vakuumfetts Apiezon N¹ auf einem Substrathalter aus Kupfer fixiert.

Der erste Fabrikationsschritt diente der Herstellung der Detektionsspulen und Leiterbahnen in der unteren Nb-Schicht mit der Schichtdicke $d = 250 \text{ nm}$. Diese Schicht wurde in einem institutsintern modifizierten Univex450-Sputtersystem² durch dc-Magnetron-Sputtern aufgebracht. Die Anlage besitzt zwei Sputterquellen, die jeweils mit einem 2 Zoll großen Sputtertarget aus Nb beziehungsweise Au ausgestattet sind. Zusätzlich ist das System mit einer Ar-Ionenquelle ausgestattet, die für eine Reinigung der Substratoberfläche durch Beschuss mit Ar-Ionen genutzt werden kann. Dieser Prozessschritt wird im Folgenden auch als Oberflächenreinigung bezeichnet. Die Deposition der unteren Nb-Schicht fand ohne vorherige Oberflächenreinigung bei einem Ar-Prozessgasdruck von $p_{\text{Ar}} = 5 \cdot 10^{-3} \text{ mbar}$ und einer Sputterleistung von $P_{\text{dc}} = 60 \text{ W}$ statt. Die resultierende Depositionsr率 betrug $\dot{d}_{\text{Nb}} = 0,35 \text{ nm/s}$. Die anschließende Strukturierung der Nb-Schicht erfolgte mit dem in Abschnitt 3.1 beschriebenen Trockenätzprozess. Dabei wurden die Chargen Fe55-MMC-w1 und Fe55-MMC-w2 unter Verwendung der Trockenätzanlage IMS-RIE und die Chargen Fe55-MMC-w3 und Fe55-MMC-w4 unter Verwendung der Trockenätzanlage ICP-RIE prozessiert.

Die darauffolgend hergestellte elektrische Isolation mit einer Gesamtdicke von 300 nm bestand aus zwei nacheinander strukturierten SiO₂-Schichten. Würde die Isolation in einer einzelnen Schicht ausgeführt werden, so ergäbe sich an einer Aussparung für eine vertikale Durchkontaktierung von unterer zu oberer Nb-Schicht eine Stufe von 300 nm. Da die obere Nb-Schicht diese Stufe überwinden muss, besitzt sie an dieser Stelle eine effektiv verringerte Querschnittsfläche, was zu einer Verringerung ihres kritischen Stroms führt. Wird die Isolation hingegen aus zwei separat deponierten und strukturierten SiO₂-Schichten mit der jeweiligen Dicke von 150 nm aufgebaut, so kann die Stufe in zwei niedrigere Stufen aufgeteilt werden, indem die Fläche der Aussparung der oberen Schicht etwas größer als die der unteren Schicht ausgeführt wird. Die SiO₂-Schichten wurden im institutsintern konstruierten rf-Magnetron-Sputtersystem IDA3 deponiert, das eine Sputterquelle der Größe 2 Zoll besitzt und mit einem Sputtertarget aus SiO₂ ausgestattet ist. Die Schicht wurde unter Verwendung eines Ar-O₂-Gasgemisches mit den Partialdrücken $p_{\text{Ar}} = 3,6 \cdot 10^{-3} \text{ mbar}$ und $p_{\text{O}_2} = 2,4 \cdot 10^{-3} \text{ mbar}$ deponiert. Mit einer Sputterleistung von $P_{\text{rf}} = 120 \text{ W}$ resultiert daraus eine Rate von durchschnittlich

¹Hersteller: M&I Materials Ltd, Manchester, UK. Vertrieb durch CMR-Direct, St Neots, UK.

²Das Sputtersystem wurde ursprünglich hergestellt von der Firma Leybold GmbH, Köln, Deutschland.

etwa $\dot{d}_{\text{SiO}_2} = 1,83 \text{ nm/min}$. Die räumliche Inhomogenität der Depositionsraten ist bei dem verwendeten Prozess vergleichsweise hoch und führt zu einer örtlichen Variation der Schichtdicke von etwa $\pm 15\%$ auf einem 2 Zoll-Wafer. Um auch bei auf dem Wafer weiter außen liegenden Detektoren eine ausreichend dicke Isolationsschicht von insgesamt mindestens 300 nm zu erhalten, wurde in der Wafermitte eine Schichtdicke von $d = 167 \text{ nm}$ pro SiO_2 -Schicht angestrebt. Für die Strukturierung der Schichten wurde das in Abschnitt 3.1 beschriebene Lift-Off-Verfahren angewendet.

Die Fabrikation der Heizelemente der resistiven Dauerstromschalter erfolgte durch dc-Magnetron-Sputtern und einem Lift-Off-Verfahren. Das institutsintern konstruierte Sputtersystem TGA besitzt hierfür neben einer 2 Zoll-Sputterquelle für AuPd auch eine 3 Zoll-Sputterquelle für die in-situ-Deposition von Nb. Die AuPd-Schicht mit einer Schichtdicke von $d = 127 \text{ nm}$ wurde auf eine etwa 2 nm dünne Nb-Schicht deponiert, um eine bessere Haftung zum Substrat zu erreichen. Anschließend wurde sie mit einer ebenfalls etwa 2 nm dicken Nb-Schicht abgedeckt, um sie während einer später folgenden Oberflächenreinigung mittels Ar-Ionenbeschuss vor parasitärem Abtrag zu schützen. Die Sputterleistung für beide Materialien betrug $P_{\text{dc}} = 70 \text{ W}$. Die Depositionen der Nb-Schichten fanden bei einem Ar-Prozessgasdruck von $p_{\text{Ar}} = 3 \cdot 10^{-3} \text{ mbar}$ statt und dauerten jeweils 6 s. Die Deposition des AuPd wurde bei einem Ar-Prozessgasdruck von $p_{\text{Ar}} = 5 \cdot 10^{-3} \text{ mbar}$ mit einer Depositionsraten von $\dot{d}_{\text{AuPd}} = 0,91 \text{ nm/s}$ durchgeführt.

Der Deposition der oberen Nb-Schicht erfolgte erneut im Univex450-Sputtersystem unter Verwendung eines Lift-Off-Verfahrens. Um supraleitende vertikale Durchkontaktierungen zur unteren Nb-Schicht zu ermöglichen, fand vor der Deposition eine Oberflächenreinigung mittels Ar-Ionenbeschuss statt, um die natürliche Oxidschicht von der Oberfläche der unteren Nb-Schicht zu entfernen. Dieser Prozess wurde für eine Dauer von 5 min bei einem Ar-Prozessgasdruck von $p_{\text{Ar}} = 1,3 \cdot 10^{-3} \text{ mbar}$ mit dem Ionenstrahlstrom von 20 mA und der Ionenstrahlspannung von 275 V durchgeführt und resultierte in einem Abtrag der unteren Nb-Schicht von etwa 10 nm an den vom Fotolack freigelegten Stellen. Die nachfolgende Deposition der oberen Nb-Schicht mit der Dicke $d = 600 \text{ nm}$ fand in-situ unter Verwendung der gleichen Prozessparameter wie bei der Deposition der unteren Nb-Schicht statt.

Die 400 nm dicke Thermalisierungsschicht aus Au dient zur schwachen thermischen Anbindung der Temperatursensoren an das Wärmebad. Sie wurde ebenfalls im Univex450-Sputtersystem deponiert und mit einem Lift-Off-Verfahren strukturiert. Um eine gute Haftung der Au-Schicht auf dem Substrat zu gewährleisten, wurde sie auf eine etwa 2 nm dünne, haftvermittelnde Nb-Schicht aufgebracht. Diese wurde in-situ mit den gleichen Prozessparametern wie die oben beschriebenen Nb-Schichten und in einer Zeit von 6 s deponiert. Die anschließende Sputterdeposition der Au-Schicht fand bei einem Ar-Prozessgasdruck von $p_{\text{Ar}} = 5,5 \cdot 10^{-3} \text{ mbar}$ und einer Sputterleistung von $P_{\text{dc}} = 60 \text{ W}$ mit der Depositionsraten $\dot{d}_{\text{Au}} = 0,98 \text{ nm/s}$ statt.

Die Deposition des Sensormaterials Ag:Er wurde, wie oben erwähnt, im Rahmen des PrimA-LTD Projekts am Kirchhoff-Institut für Physik an der Universität Heidelberg

durchgeführt. Dafür diente ein Ultrahochvakuum-Sputtersystem DCA³, das aus einer Schleusenkammer mit Ar-Ionenquelle zur Oberflächenreinigung und einer Hauptkammer besteht. Die Hauptkammer enthält unter anderem dc-Magnetron-Sputterquellen für die Materialien Ag:Er, Nb und Au. Der Prozess bestand aus einer Oberflächenreinigung mittels Ar-Ionenbeschuss, dem Aufbringen einer haftvermittelnden Nb-Schicht, der Deposition der Ag:Er-Schicht mit der Dicke $d = 500 \text{ nm}$ und dem Abdecken der Sensorschicht mit einer 100 nm dicken Au-Schicht zum Schutz vor Korrosion in den nachfolgenden Prozessschritten. Die Oberflächenreinigung fand bei einem Ar-Prozessgasdruck von $p_{\text{Ar}} = 5 \cdot 10^{-4} \text{ mbar}$ und mit einem Ionenstrahlstrom von 11 mA statt. Die Deposition der haftvermittelnden Nb-Schicht wurde bei einem Ar-Prozessgasdruck von $p_{\text{Ar}} = 2 \text{ mTorr}$ und mit einer Sputterleistung von $P_{\text{dc}} = 100 \text{ W}$ durchgeführt. Untersuchungen im Rahmen der vorliegenden Arbeit zeigten, dass die am Kirchhoff-Institut für Physik standardmäßig verwendeten Zeiten für die Oberflächenreinigung und die Deposition der haftvermittelnden Nb-Schicht zu einer schlechten Haftung der Sensorschichten auf der darunterliegenden SiO₂-Schicht führten. So stellte sich bei den Chargen Fe55-MMC-w1 und Fe55-MMC-w2 die Dauer der Oberflächenreinigung von 1 min und die Dauer des Nb-Sputtervorgangs von 6 s als unzureichend heraus und resultierte in einem Ablösen der Temperatursensoren einiger Detektoren in den nachfolgenden Prozessschritten. Bei Charge Fe55-MMC-w3 wurde festgestellt, dass eine Erhöhung der Depositionsdauer der Nb-Schicht auf 12 s die Haftung verbesserte. Bei Charge Fe55-MMC-w4 konnte die Haftung schließlich durch eine zusätzliche Verlängerung der Oberflächenreinigung auf 3 min weiter optimiert werden. Die anschließende Deposition der Ag:Er-Schicht erfolgte für alle Chargen bei einem Ar-Prozessgasdruck von $p_{\text{Ar}} = 10 \text{ mTorr}$ und mit einer Sputterleistung von $P_{\text{dc}} = 200 \text{ W}$ mit der Depositionsr率e $\dot{d}_{\text{Ag:Er}} = 5,84 \text{ nm/s}$. Die Prozessparameter bei der Deposition der abdeckenden Au-Schicht betrugen $p_{\text{Ar}} = 10 \text{ mTorr}$, $P_{\text{dc}} = 200 \text{ W}$ und $\dot{d}_{\text{Au}} = 2,78 \text{ nm/s}$. Die Vor- und Nachbereitung der Substrate für das Lift-Off-Verfahren wurde vollständig am Institut für Mikro- und Nanoelektronische Systeme durchgeführt. Dabei stellte sich bei den Chargen Fe55-MMC-w1 und Fe55-MMC-w2 eine unerwünschte Wechselwirkung der Ag:Er-Schicht mit dem DMSO-basierten Lack-Stripper TechniStrip Micro D350 heraus, die zu einer Verfärbung der Sensorschichten führte. Es ist nicht vollständig geklärt, in welchem Umfang dieser Umstand die Funktion der Temperatursensoren beeinträchtigt hat. Daher wurde der Lift-Off-Prozess bei den Chargen Fe55-MMC-w3 und Fe55-MMC-w4, wie in Abschnitt 3.1 beschrieben, nur unter Verwendung von Aceton und Isopropanol durchgeführt. In Abbildung 7.3 ist eine Mikroskop-Aufnahme eines Detektors von Charge Fe55-MMC-w4 dargestellt, der bis zur Sensorlage fabriziert ist.

Die Mikrofabrikation der Teilchenabsorber mit integrierter ⁵⁵Fe-Quelle folgte der optimierten Prozessabfolge, die ausführlich in Kapitel 4 beschrieben ist. Diese umfasst die Deposition der unteren Absorberhälfte, die darauffolgende Ionen-Implantation der ⁵⁵Fe-Quelle und schließlich die Deposition der oberen Absorberhälfte. Für die Herstellung der unteren Absorberhälfte wurde eine untere Fotolackschicht formgebend für die Absorberstämme strukturiert und anschließend mit einer 80 nm dicken, gesputter-

³Hersteller: DCA Instruments Oy, Turku, Finnland.

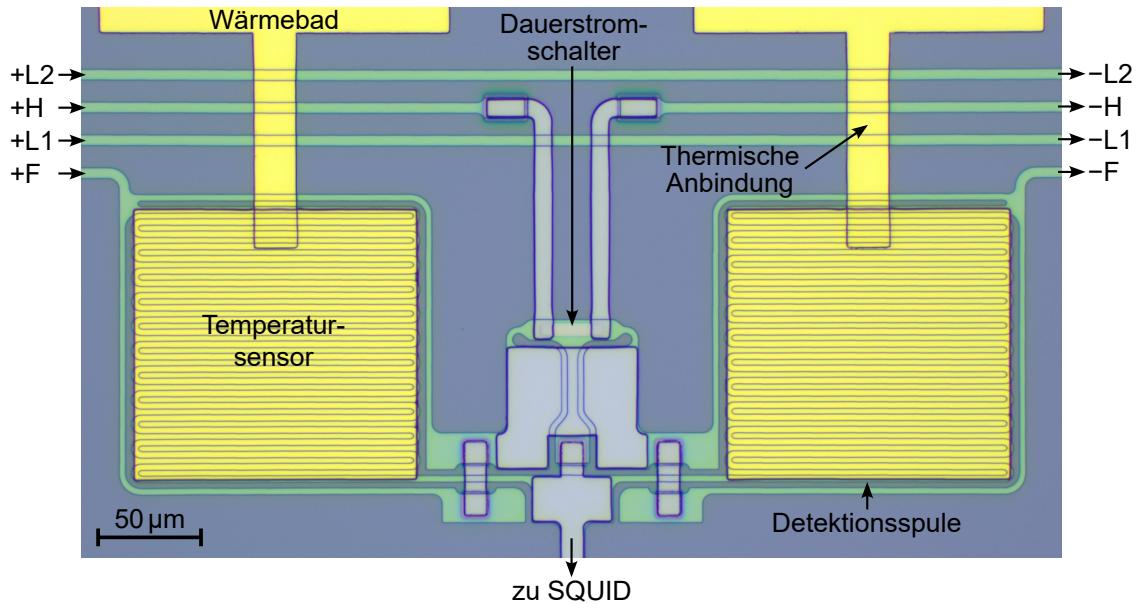


Abbildung 7.3: Mikroskop-Aufnahme eines Einzeldetektors der Charge Fe55-MMC-w4 nach Fabrikation der Sensorschicht.

ten Au-Keimschicht bedeckt. Die Deposition der Keimschicht wurde im Univex450-Sputtersystem unter Verwendung der gleichen Prozessparameter wie bei der oben beschriebenen Deposition der Thermalisierungsschicht durchgeführt. Da die Keimschicht ausschließlich auf der Au-Thermalisierungsschicht aufliegt, war die Deposition einer haftvermittelnden Nb-Schicht nicht notwendig. Nach Strukturierung der oberen Fotolackschicht, die die Form der unteren Absorberhälfte vorgibt, folgte die galvanische Abscheidung von Au mit der Schichtdicke $d = 12 \mu\text{m}$. Die Zykluszeiten der verwendeten Pulssstrom-Deposition betrugen $t_{\text{on}} = 10 \text{ ms}$ und $t_{\text{off}} = 50 \text{ ms}$ bei einer mittleren Stromdichte von $j_{\text{galv}} = 0,30 \text{ mA/cm}^2$. Die zu beschichtende Fläche eines Wafers betrug $A = 1,42 \text{ cm}^2$ und die Depositionsraten ergab sich zu etwa $\dot{d}_{\text{Au}} = 18,3 \text{ nm/min}$. Nach der Deposition erfolgte das Freistellen der unteren Absorberhälfte. Dieser Schritt wurde aufgrund der oben beschriebenen Haftungsprobleme der Temperatursensoren für alle Chargen unterschiedlich durchgeführt. Die Prozesse unterschieden sich von dem in Abschnitt 4.5 beschriebenen, optimierten Vorgehen insbesondere in der Anwendung von Megaschall. Da der entwickelte Fabrikationsprozess für die Absorber ursprünglich die Verwendung eines Ultraschallbades vorsah, wurde dieses für wenige Sekunden mit einer Frequenz von 100 kHz auch bei Charge Fe55-MMC-w1 angewandt. Aufgrund der mangelnden Haftung der unter den Absorbern liegenden Sensoren lösten sich dabei jedoch eine Vielzahl der Absorber mitsamt Sensorschicht vom Substrat ab. Im Falle von Charge Fe55-MMC-w2 wurde daher vollständig auf die Anwendung von Ultra- oder Megaschall verzichtet. Somit blieben die Sensoren und Absorber haften, jedoch waren die Absorber durch den in Abschnitt 4.5 beschriebenen dünnen, leitfähigen Überrest der Keimschicht stellenweise untereinander und mit dem Wärmebad verbunden. Die verbesserte Haftung der Temperatursensoren bei Charge Fe55-MMC-w3 ermöglichte die

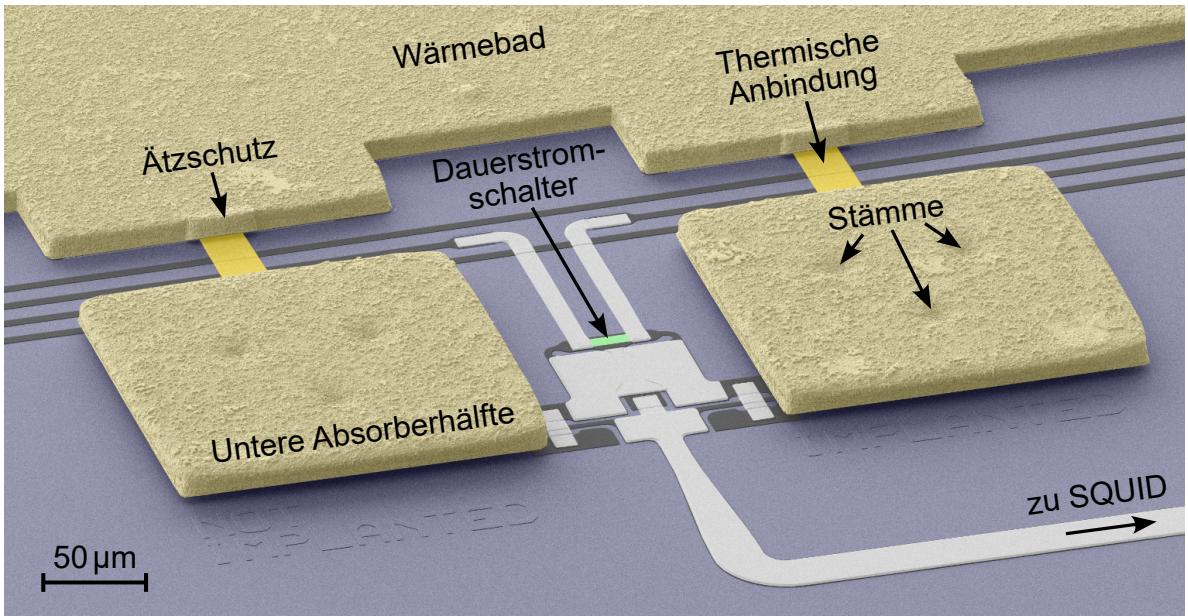


Abbildung 7.4: Kolorierte REM-Aufnahme eines Einzeldetektors der Charge Fe55-MMC-w3, der bis zur einschließlich unteren Absorberhälfte fabriziert ist. Die etwa $11,5\text{ }\mu\text{m}$ dicken, galvanisch abgeschiedenen Absorber aus Au sind, wie am Schatten unter den Absorbern zu erkennen, freistehend und werden nur von jeweils drei Stämmen getragen.

Anwendung eines Megaschallbades für eine Dauer von 5 min, womit die Keimschicht vollständig entfernt werden konnte. Der Großteil der Sensoren mitsamt Absorber blieb dabei auf dem Substrat haften. Eine zusätzlich verbesserte Ausbeute wurde bei Charge Fe55-MMC-w4 erreicht, bei der die Dauer des Megaschallbades auf 30 s reduziert wurde. In Abbildung 7.4 ist eine kolorierte REM-Aufnahme eines Detektors von Charge Fe55-MMC-w3 nach Fabrikation der unteren Absorberhälfte dargestellt. Am Schatten unter den Absorbern ist deutlich zu erkennen, dass sie auf jeweils drei Stämmen freistehen. Außerdem ist der in Abschnitt 7.1 beschriebene Ätzschutz sichtbar, der ein Durchätzen der thermischen Anbindung an das Wärmebad während der Fabrikation der unteren Absorberhälfte verhinderte. Abbildung 7.5a) zeigt außerdem eine Mikroskop-Aufnahme eines solchen bis zur unteren Hälfte fertiggestellten Absorbers. Das an einer Teststruktur gemessene Restwiderstandsverhältnis des galvanisch abgeschiedenen Au der unteren Absorberhälfte betrug im Falle der Charge Fe55-MMC-w3 $\text{RRR} = 49$ und im Falle der Charge Fe55-MMC-w4 $\text{RRR} = 40$. Diese Werte liegen somit in dem Bereich, der bei der Optimierung des Galvanikprozesses in Abschnitt 4.4 beobachtet wurde. Die Vereinzelung der Wafer zu jeweils acht Gesamtchips erfolgte nach Schutzbelackung mit dem Fotolack AZ 40XT unter Verwendung einer Wafersäge.

Die Ionen-Implantation der ^{55}Fe -Quelle wurde aufgrund der hohen Fabrikationsausbeute auf Chips der Charge Fe55-MMC-w4 durchgeführt. Die separierten Gesamtchips wurden zu diesem Zweck, wie bereits in Abschnitt 4.2 erwähnt, mit einer Fotolackmaske bedeckt. Um den hochviskosen Fotolack AZ 40XT auf die nur 5,1 mm schmalen Chips aufzuschleudern, wurde ein Substratträger aus Kunststoff in den Spin-Coater

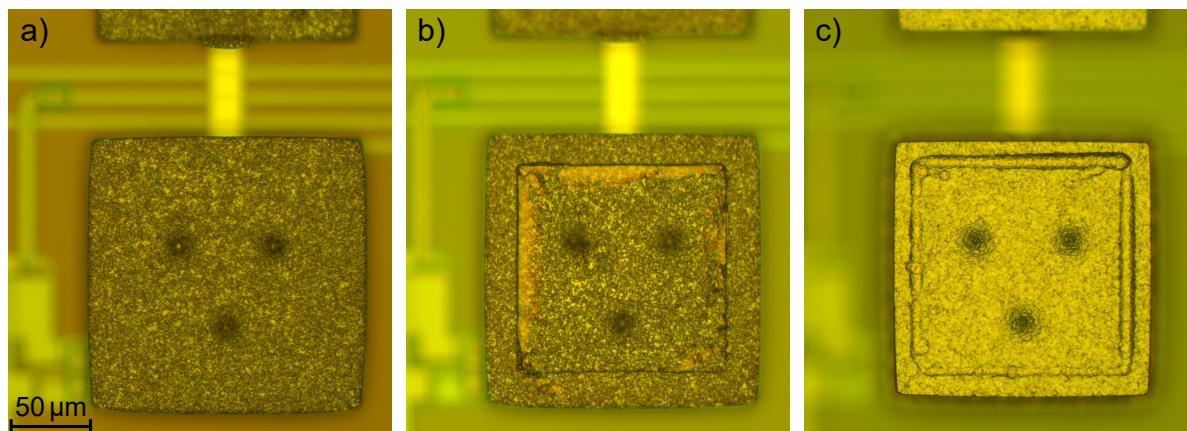


Abbildung 7.5: Mikroskop-Aufnahmen der drei Hauptschritte bei der Absorberfabrikation der Charge Fe55-MMC-w4: **a)** Nach Fertigstellung der unteren Absorberhälfte. **b)** Nach Ionen-Implantation der ^{55}Fe -Quelle und Lift-Off der Fotolackmaske. **c)** Nach Fertigstellung der oberen Absorberhälfte. Aufgrund der hohen Schichtdicke der Absorber sind die anderen Komponenten des magnetischen Mikrokalorimeters nur unscharf im Hintergrund zu sehen.

eingebaut, der eine Versenkung mit den exakten Chipdimensionen besitzt. Dies ermöglicht das Abfließen des Fotolacks vom Chiprand und verringert somit die Breite des Fotolack-Randwalls. Das Aufschleudern erfolgte in folgenden Schritten: 600 rpm für 5 s und 2200 rpm für 20 s. Anschließend wurde der Fotolack, wie in Abschnitt 4.2 beschrieben, so strukturiert, dass nur die zu implantierenden Absorberflächen freigelegt waren. Im nächsten Schritt folgte die vollflächige Sputterdeposition einer 100 nm dicken Au-Schicht, die das Ableiten von Ladung während der Ionen-Implantation ermöglichen und so die elektrostatische Aufladung des Chips verhindern sollte. Die Deposition fand mit den oben beschriebenen Parametern im Univex450-Sputtersystem ohne Verwendung einer haftvermittelnden Schicht statt. Dabei wurden die Chips nicht mit Vakuumfett, sondern lediglich mit einer Klemmvorrichtung auf dem Substrathalter der Sputteranlage fixiert.

Für die Ionen-Implantation wurden im Rahmen von PrimA-LTD von den Projektpartnern an der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt Messinghalter entworfen und hergestellt, die den Einbau von zu implantierenden Chips in den RISIKO-Massenseparator ermöglichen. Wie in Abbildung 7.6 dargestellt, wurde ein Gesamtchip mit doppelseitigem Graphit-Klebeband⁴ in die Aussparung eines Messinghalters geklebt. Der Chip wurde über Bonddrähte elektrisch mit dem Halter verbunden. Dafür vorgesehene Bondflächen (siehe Abbildung 7.2a) ermöglichen das Kontaktieren des Wärmebads und damit der Absorber über Aluminium-Bonddrähte. Die elektrische Kontaktierung der auf die Fotolackmaske aufgebrachten Au-Schicht erfolgte über aufgedrückte Indium-Bonddrähte, da das Ultraschall-Wedge-Wedge-Bonden von Aluminium nicht mit der Fotolackmaske kompatibel ist. Der Prozess der Ionen-Implantation ist ausführlich in

⁴Hersteller: Nissin EM Co., Ltd., Tokyo, Japan. Vertrieb durch: Micro to Nano BV, Haarlem, Niederlande.

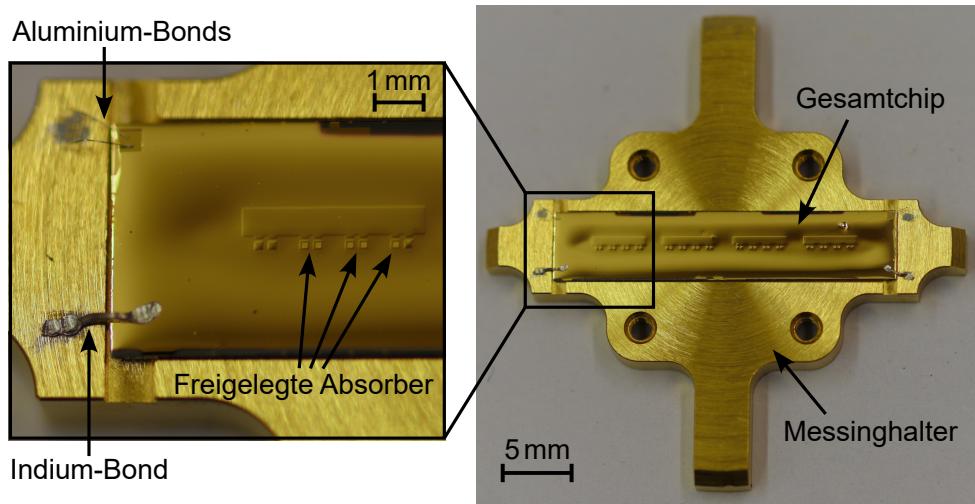


Abbildung 7.6: Im Rahmen von PrimA-LTD hergestellter Messinghalter für den Einbau von Detektorchips in den Massenseparator RISIKO zur Ionen-Implantation von ^{55}Fe . Der eingebaute Gesamtchip ist mit einer Fotolackmaske bedeckt, die nur die zu implantierenden Absorberflächen offenlegt. Eine auf die Fotolackmaske aufgebrachte dünne Au-Schicht ermöglicht den Abtransport von Ladung während der Ionen-Implantation. Die elektrische Kontaktierung des Chips sowie der Au-Schicht mit dem Messinghalter erfolgt dabei mit Bonddrähten.

[Nie25] beschrieben. Die Ionen-Implantation wurde an insgesamt vier Gesamtchips der Charge Fe55-MMC-w4 mit den internen Bezeichnungen RA, LA, RC und LB durchgeführt. Die weiterhin in die Messinghalter eingebauten Chips wurden nach der Ionen-Implantation vollflächig mit einer etwa 100 nm dicken gesputterten Au-Schicht bedeckt, um das implantierte ^{55}Fe in nachfolgenden Prozessschritten zu schützen. Die Chips wurden anschließend aus dem Halter entfernt, indem das Graphit-Klebeband mit Isopropanol gelöst wurde. Die Fotolackmaske mitsamt der vollflächigen Au-Schicht wurde im nächsten Schritt entfernt, indem der Chip für mehrere Stunden in ein Acetonbad eingelegt wurde. In Abbildung 7.5b) ist eine Mikroskop-Aufnahme einer unteren Absorberhälfte nach der Ionen-Implantation dargestellt, worauf der quadratische Bereich mit deponierter ^{55}Fe -Quelle deutlich zu erkennen ist.

Die Deposition der oberen Absorberhälfte wurde wie in Kapitel 4 beschrieben durchgeführt. Die elektrische Kontaktierung eines Gesamtchips mit dem Galvanik-Aufbau erfolgte über eine der in Abbildung 7.2a) gekennzeichneten Kontaktflächen an den Rändern des Chips. Die Bondflächen für die elektrische Kontaktierung des Chips während der Ionen-Implantation wurden mit Fotolack abgedeckt, um eine Kontamination des Elektrolyten durch Überreste der Bonddrähte zu vermeiden. Die galvanische Abscheidung der Au-Schicht auf die Fläche von $A = 0,254 \text{ cm}^2$ pro Gesamtchip erfolgte mit den gleichen Parametern wie im Falle der unteren Absorberhälfte. Das Entfernen der bei der Galvanik verwendeten Fotolackmaske erfolgte im Falle des Chips Fe55-MMC-w4-RA mit Aceton. Dies führte jedoch zu der in Abschnitt 4.5 erläuterten, unerwünschten Wechselwirkung mit auf dem Chip verbliebenen Überresten des Elektrolyten. Aus diesem Grund wurde dieser Prozessschritt für alle weiteren Chips unter Verwendung

von DMF anstelle von Aceton durchgeführt. In Abbildung 7.5c) ist eine Mikroskop-Aufnahme eines Absorbers mit integrierter ^{55}Fe -Quelle nach Fertigstellung der oberen Absorberhälfte dargestellt.

7.3 Experimenteller Aufbau

Für die in den folgenden beiden Abschnitten 7.4 und 7.5 beschriebenen Messungen wurde das in Abbildung 3.6 dargestellte Detektor-Modul verwendet. Zwei Einzelchips des ^{55}Fe -Detektorarrays von Charge Fe55-MMC-w4 wurden mit jeweils einem von der Arbeitsgruppe entwickelten und hergestellten Sensor-SQUID-Chip unter Verwendung des Spulenlacks GE-Varnish⁵ auf den linken (Messkanäle 1-3) beziehungsweise auf den mittleren Finger (Messkanäle 4-6) des Detektor-Moduls geklebt. In Tabelle 7.4 sind die internen Bezeichnungen der verwendeten Detektoren und SQUIDs der jeweiligen Messkanäle angegeben. Als „Implantiert“ sind solche Detektoren bezeichnet, deren Absorber mit einer ^{55}Fe -Quelle ausgestattet waren. Dabei beziehen sich „P“ und „N“ auf Detektorpixel, die Signale mit positivem beziehungsweise negativem Vorzeichen zeigen haben. Die als „T-Sensor“ bezeichneten Messkanäle nutzten einen Detektor mit asymmetrischen Temperatursensoren zur Überwachung der Chiptemperatur. Die verwendeten Sensor-SQUIDs wurden zuvor bei einer Temperatur von $T = 4,0\text{ K}$ getestet und charakterisiert. Die gemessenen Gegeninduktivitäten waren für alle SQUIDs sehr ähnlich und betragen im Mittel $1/M_{\text{is}} = (8,85 \pm 0,03)\text{ }\mu\text{A}/\Phi_0$ zwischen Einkoppelpulse und SQUID-Schleife sowie $1/M_{\text{fb}} = (41,9 \pm 0,2)\text{ }\mu\text{A}/\Phi_0$ zwischen Rückkoppelpulse und SQUID-Schleife. Die durch Simulation mit InductEx⁶ bestimmte Induktivität der Einkoppelpulse der SQUIDs ergab sich zu $L_{\text{in}} = 1,12\text{ nH}$. Die SQUIDs wurden, wie in Abbildung 3.5 dargestellt und in Abschnitt 3.2.3 erläutert, in einem zweistufigen Aufbau betrieben. Die Messkanäle 1 und 5P/N stellten sich aufgrund einer defekten Rückkoppelpulse beziehungsweise eines defekten Verstärker-SQUIDs als nicht funktional heraus. Der felderzeugende Dauerstrom I_0 wurde, wie in Abschnitt 2.4 beschrieben,

Messkanal	Detektorname	SQUID-Name	Typ	funktional
1	Fe55-MMC-w4-RC-U1-1	IMSQ2-w2-7F-1	T-Sensor	nein
2P/N	Fe55-MMC-w4-RC-U1-2	IMSQ2-w2-7F-2	Implantiert	ja
3P/N	Fe55-MMC-w4-RC-U1-3	IMSQ2-w2-7F-3	Implantiert	ja
4	Fe55-MMC-w4-RC-O2-1	IMSQ2-w2-7C-1	T-Sensor	ja
5P/N	Fe55-MMC-w4-RC-O2-2	IMSQ2-w2-7C-2	Implantiert	nein
6P/N	Fe55-MMC-w4-RC-O2-3	IMSQ2-w2-7C-3	Implantiert	ja

Tabelle 7.4: Verwendete Detektoren und Auslese-SQUIDs für die in diesem Kapitel beschriebenen Messungen. Die Messkanäle 1-3 entsprechen dem linken, die Messkanäle 4-6 dem mittleren Finger des Aufbaus aus Abbildung 3.6.

⁵Hersteller: Cryoandmore Budzylek GbR, Neuss, Deutschland.

⁶<https://www.sun-magnetics.com/>, Stellenbosch, Südafrika.

unter Verwendung eines Heizer-basierten Dauerstromschalters präpariert, mit dem jeder Einzeldetektor des ^{55}Fe -Detektorarrays ausgestattet ist. Hierbei wurde ein Strom von $I_H = 4,5 \text{ mA}$ für eine Dauer von 2 ms durch das Heizelement getrieben, um den darunter liegenden kleinen Bereich der supraleitenden Schleife, die die Nb-Detektionsspulen bilden, kurzzeitig in den normalleitenden Bereich zu heizen.

7.4 Charakterisierung der Detektoreigenschaften

Dieser Abschnitt beschreibt einige Messungen, in deren Fokus die umfassende Charakterisierung des hergestellten ^{55}Fe -Detektorarrays hinsichtlich der Induktivität der Detektionsspulen, des Temperaturverlaufs der Sensormagnetisierung sowie des Temperaturverlaufs der Höhe und Form der Detektorsignale stand. Im Folgenden werden exemplarisch die Ergebnisse des Messkanals 2P präsentiert, wobei auf Unterschiede zu den anderen Messkanälen an entsprechender Stelle hingewiesen wird.

7.4.1 Induktivität der Detektionsspulen

Für die Messung der Induktivität der Detektionsspulen wurde ausgenutzt, dass die Aluminium-Bonddrähte zwischen Detektor und Sensor-SQUID bei Temperaturen über ihrer kritischen Temperatur $T_{\text{C},\text{Al}} \approx 1,2 \text{ K}$ normalleitend sind und daher eine thermische Rauschquelle darstellen. Gleichzeitig bilden sie zusammen mit der Gesamtinduktivität des in Abbildung 7.7a) dargestellten Schaltkreises einen Tiefpass erster Ordnung. Wie in Abschnitt 7.1 erläutert, ist die Verbindung zwischen dem Detektor und der Einkoppelspule des SQUIDs über drei Bondflächen ausgeführt. Dabei bezeichnet R_b den Widerstand und L_b die Induktivität eines einzelnen Bonddrahts. Jede Verbindung zwischen zusammengehörigen Bondflächen wurde durch zwei parallele Bonddrähte realisiert, sodass jede Verbindung den Widerstand $R_b/2$ und die Induktivität $L_b/2$ besitzt. Die Widerstände und Induktivitäten der Bondverbindungen können daher zum Gesamtwiderstand $R_{b,\text{ges}} = \frac{3}{4}R_b$ und zur Gesamtinduktivität $L_{b,\text{ges}} = \frac{3}{4}L_b$ zusammengefasst werden. Die Gesamtinduktivität der vollständigen Anordnung beträgt damit

$$L_{\text{ges}} = \frac{L_m}{2} + L_{b,\text{ges}} + L_{\text{in}}, \quad (7.1)$$

wobei L_m die Induktivität einer einzelnen Detektionsspule und L_{in} die Induktivität der Einkoppelspule des Sensor-SQUIDs bezeichnet. Das von den Bonddrähten erzeugte Stromrauschen lässt sich als Johnson-Nyquist-Rauschen mit der spektralen Leistungsdichte

$$S_I = \frac{4k_B T}{R_{b,\text{ges}}} \quad (7.2)$$

beschreiben. Die Abschneidefrequenz des RL -Tiefpasses beträgt $f_c = R_{b,\text{ges}}/(2\pi L_{\text{ges}})$. Somit ergibt sich die spektrale Leistungsdichte des frequenzabhängigen Flussrauschen zu

$$S_{\Phi_S}(f) = M_{\text{is}}^2 \frac{4k_B T}{R_{b,\text{ges}}} \frac{1}{1 + (f/f_c)^2} + S_{\Phi_S,\text{SQ,w}}, \quad (7.3)$$

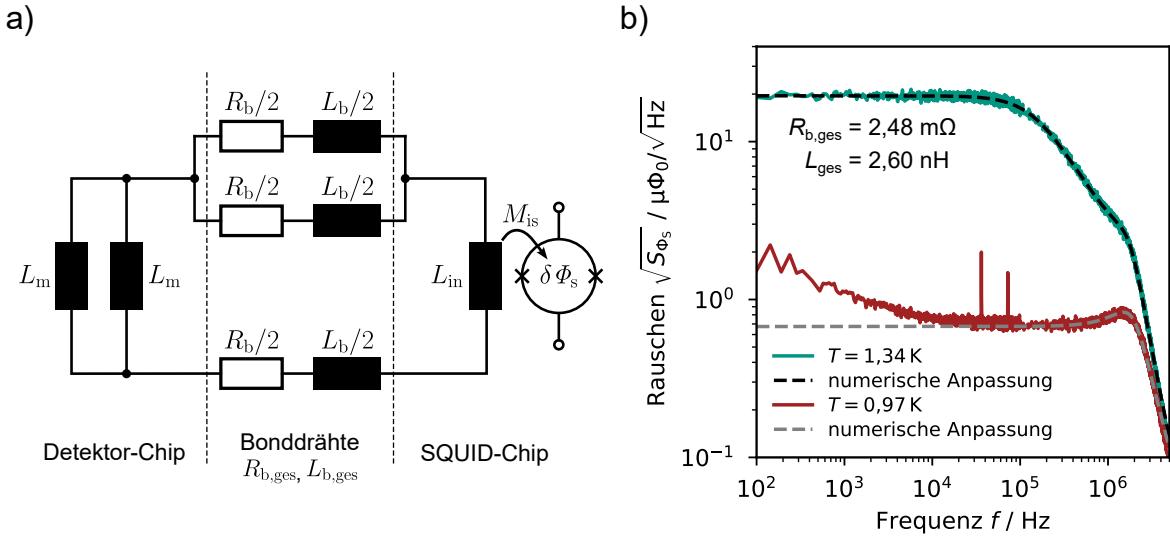


Abbildung 7.7: a) Ersatzschaltbild eines einzelnen ^{55}Fe -Detektors bei einer Temperatur $T > T_{C,\text{Al}}$ für die Messung der Induktivität der Detektionsspulen. Jede der drei Bondverbindungen besteht aus zwei parallelen Bonddrähten mit dem jeweiligen Widerstand R_b und der jeweiligen Induktivität L_b . Die Widerstände und Induktivitäten der Bonddrähte können zum Gesamtwiderstand $R_{b,\text{ges}}$ und zur Gesamtinduktivität $L_{b,\text{ges}}$ zusammengefasst werden. b) Gemessenes Flussrauschen im Sensor-SQUID von Messkanal 4 für eine Temperatur unterhalb (rot) sowie oberhalb (grün) der kritischen Temperatur $T_{C,\text{Al}}$ der Aluminium-Bonddrähte. Als graue gestrichelte Linie ist eine Anpassung nach Gleichung 7.4, als schwarze gestrichelte Linie eine Anpassung nach Gleichung 7.5 eingezeichnet.

wobei M_{is} die Gegeninduktivität zwischen Einkoppelpulpe L_{in} und SQUID-Schleife und $\sqrt{S_{\Phi_s,\text{SQ},w}}$ das weiße Rauschen der SQUID-Auslese bezeichnet. Der 1/f-artige Anteil des SQUID-Rauschens wird an dieser Stelle vernachlässigt, da er geringer als das thermische Rauschen der Bonddrähte ist. Durch Messung des Flussrauschens $\sqrt{S_{\Phi_s}}(f)$ und der Abschneidefrequenz f_c bei bekannter Temperatur ist es somit möglich, Rückschlüsse auf die Induktivität L_m der Detektionsspulen zu ziehen.

In Abbildung 7.7b) ist das an Messkanal 4 gemessene Rauschspektrum $\sqrt{S_{\Phi_s}}(f)$ für eine Temperatur von $T = 0,97 \text{ K}$ unterhalb sowie eine Temperatur von $T = 1,34 \text{ K}$ oberhalb der kritischen Temperatur der Aluminium-Bonddrähte dargestellt. Im ersten Fall wird das niederfrequente Rauschen von dem weißen Rauschen der SQUID-Auslese dominiert, da die Bonddrähte supraleitend sind und somit keinen thermischen Rauschbeitrag leisten. Bei höheren Frequenzen kommt es zunächst zu einer leichten Überhöhung des Rauschens und schließlich zu einem Tiefpassverhalten aufgrund der limitierten Bandbreite der in Flussrückkopplung betriebenen SQUID-Ausleseelektronik. Die Überhöhung kommt dadurch zustande, dass die Laufzeit höherfrequenter Signale in den Leitungen des SQUID-Aufbaus signifikante Phasenverschiebungen verursachen, die zu einer Resonanz führen. Dieses Verhalten kann über ein gedämpftes Tiefpassfilter zweiter Ordnung (PT2-Glied) beschrieben werden. Die spektrale Leistungsdichte des

frequenzabhängigen Flussrauschens ergibt sich damit zu

$$S_{\Phi_S}(f) = \frac{S_{\Phi_S, SQ, w}}{(1 - \beta^2)^2 + (2D\beta)^2} \quad \text{mit} \quad \beta = \frac{f}{f_0}, \quad (7.4)$$

wobei D den Dämpfungsgrad und f_0 die Eigenfrequenz des Systems im dämpfungsfreien Fall bezeichnen [Unb08]. Eine Anpassung nach dieser Gleichung an das gemessene Rauschspektrum für Frequenzen $f > 100$ kHz ist in Abbildung 7.7b) als gestrichelte graue Linie dargestellt. Dabei ergibt sich für die bei der Anpassung freien Parameter $\sqrt{S_{\Phi_S, SQ, w}} = 0,67 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$, $f_0 = 1,96$ MHz und $D = 0,46$.

Für die Temperatur $T = 1,34$ K ist in Abbildung 7.7b) das gegenüber dem weißen Rauschen der SQUID-Auslese deutlich erhöhte, niederfrequente weiße Rauschen der normalleitenden Bonddrahte zu erkennen, das bei höheren Frequenzen das oben beschriebene Verhalten des RL -Tiefpasses zeigt. Zu noch höheren Frequenzen hin führt ebenfalls die Bandbreite der Ausleseelektronik zu einem zusätzlichen Abschneiden des Rauschspektrums. Das vollständige Rauschspektrum kann unter Verwendung der Gleichungen 7.3 und 7.4 durch die spektrale Leistungsdichte

$$S_{\Phi_S}(f) = \frac{M_{is}^2 \frac{4k_B T}{R_{b,ges}} \frac{1}{1 + (f/f_c)^2} + S_{\Phi_S, SQ, w}}{(1 - \beta^2)^2 + (2D\beta)^2} \quad (7.5)$$

beschrieben werden. In Abbildung 7.7b) ist eine Anpassung nach dieser Gleichung als gestrichelte schwarze Linie überlagert. Das weiße Rauschen der SQUID-Auslese $\sqrt{S_{\Phi_S, SQ, w}} = 0,67 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$ wurde dabei aus der oben beschriebenen Anpassung von Gleichung 7.4 an den Verlauf bei $T = 0,97$ K extrahiert. Die angepassten Parameter ergeben sich zu $R_{b,ges} = 2,48 \text{ m}\Omega$, $L_{ges} = 2,60 \text{ nH}$, $f_0 = 1,85$ MHz und $D = 0,42$.

Innerhalb der Arbeitsgruppe durchgeführte Messungen des verwendeten Aluminium-Bonddrahts ergaben einen Widerstand pro Einheitslänge von $5,14 \text{ m}\Omega/\text{mm}$. Die Länge eines einzelnen Bonddrahts wird in dem hier beschriebenen Experiment anhand von Abbildung 3.6b) auf etwa $l = 650 \mu\text{m}$ geschätzt. Daraus ergibt sich der erwartete Gesamtwiderstand der Bondrähte zu

$$R_{b,ges} = \frac{3}{4} \cdot l \cdot 5,14 \frac{\text{m}\Omega}{\text{mm}} = 2,51 \text{ m}\Omega \quad (7.6)$$

und stimmt somit sehr gut mit dem gemessenen Wert überein. Um die Induktivität der Detektionsspulen zu erhalten, werden die Anteile der SQUID-Einkoppelpulpe und der Bonddrahte von der gemessenen Induktivität subtrahiert. Die Gesamtinduktivität der Bonddrahte $L_{b,ges}$ wurde für die gegebene Konfiguration mithilfe einer Magnetfeldsimulation in der Software FEMM abgeschätzt und ergab einen Wert von $L_{b,ges} = 0,35 \text{ nH}$. In [Hen17] wird ein Wert von $(0,14 \pm 0,04) \text{ nH}$ pro $\text{m}\Omega$ Bonddrahtwiderstand angegeben. Mit dem anhand des gemessenen Rauschspektrums bestimmten Widerstands ergibt sich hierbei eine Induktivität von $L_{b,ges} = (0,35 \pm 0,1) \text{ nH}$, die sich sehr gut mit den Simulationsergebnissen deckt. Die Induktivität einer Detektionsspule berechnet sich somit

unter Verwendung von Gleichung 7.1 zu $L_m = 2,26 \text{ nH}$. Dieser Wert liegt deutlich über dem bei der Optimierung des Detektors abgeschätzten Wert von $L_m = 0,9 \text{ nH}$ aus Tabelle 7.2. Die Simulation einer einzelnen Detektionsspule mit InductEx lieferte eine Induktivität von $L_m = 1,13 \text{ nH}$. Der Grund für die große Diskrepanz zwischen der Messung und den Simulationen ist nicht geklärt. Derartige Abweichungen wurden bereits in anderen Arbeiten beobachtet [Por11, Sch12, Ran14] und scheinen insbesondere für kleine Detektionsspulen aufzutreten, wie sie auch für das ^{55}Fe -Detektorarray verwendet werden. Dennoch wurde sich für den weiteren Verlauf dieser Arbeit auf die Verwendung des gemessenen Wertes $L_m = 2,26 \text{ nH}$ festgelegt. Die Fluss-zu-Fluss-Kopplung zwischen der Flussänderung $\delta\Phi$ in der Detektionsspule und der zugehörigen Flussänderung $\delta\Phi_S$ in der SQUID-Schleife ergibt daraus unter Verwendung von Gleichung 2.16 zu $\delta\Phi_S/\delta\Phi = 4,49\%$. Dabei stammt die verwendete Kopplung $1/M_{is} = 8,85 \mu\text{A}/\Phi_0$ zwischen Einkoppelsspule des Sensor-SQUIDs und der SQUID-Schleife aus der oben beschriebenen Charakterisierungsmessung der SQUIDs. Die Induktivität der Einkoppelsspule des Sensor-SQUIDs $L_{in} = 1,12 \text{ nH}$ wurde mithilfe von InductEx simuliert. Ferner wurde angenommen, dass die parasitäre Induktivität $L_{par} = L_{b,ges}$ von der Induktivität der Bonddrähte dominiert wird. Die Fluss-zu-Fluss-Kopplung $\delta\Phi_S/\delta\Phi$ wurde im Folgenden dafür verwendet, die theoretisch zu erwartenden Detektoreigenschaften zu berechnen.

7.4.2 Magnetisierung des paramagnetischen Temperatursensors

Da die Temperatursensoren der beiden Detektorpixel von Messkanal 4 eine Flächenasymmetrie von 9:10 besitzen, konnte an diesem Kanal die temperaturabhängige Sensormagnetisierung in Form eines magnetischen Flusssignals im Sensor-SQUID gemessen werden. Hierfür wurde der Kryostat auf eine Temperatur von $T \approx 500 \text{ mK}$ stabilisiert und anschließend wieder auf Basistemperatur abgekühlt. Während des Abkühlvorgangs wurde die Ausgangsspannung des zugehörigen SQUID-Aufbaus in regelmäßigen Abständen von etwa 1 s aufgezeichnet. In Abbildung 7.8 sind die gemessenen Magnetisierungskurven für die drei felderzeugenden Dauerströme I_0 von 25 mA, 30 mA und 40 mA über der inversen Temperatur der Experimentierplattform des Kryostaten dargestellt. Es zeigt sich das in Abschnitt 2.3 erläuterte Temperaturverhalten der Magnetisierung: Für hohe Temperaturen folgt die Magnetisierung näherungsweise dem Curie-Gesetz und ist proportional zum felderzeugenden Dauerstrom. Für tiefe Temperaturen geht die Magnetisierung in Sättigung. Als gestrichelte Linien sind zusätzlich die für den gegebenen Detektoraufbau zu erwartenden Verläufe der Magnetisierung eingezeichnet, die unter Verwendung der numerisch berechneten thermodynamischen Eigenschaften des Sensormaterials aus Abschnitt 2.3 bestimmt wurden. Für die Umrechnung des theoretisch berechneten magnetischen Flusses in der Detektionsspule in ein Flusssignal im Sensor-SQUID wurde die auf Basis von Messdaten bestimmte Fluss-zu-Fluss-Kopplung $\delta\Phi_S/\delta\Phi$ aus Abschnitt 7.4.1 verwendet. Da die thermodynamischen Daten des Sensormaterials nur für Temperaturen $T \geq 10 \text{ mK}$ vorlagen, war eine Darstellung der theoretischen Verläufe für geringere Temperaturen nicht möglich. Für die beste Übereinstimmung mit den Messdaten wurde eine Asymmetrie der Sensorflächen von 88:100 angenommen.

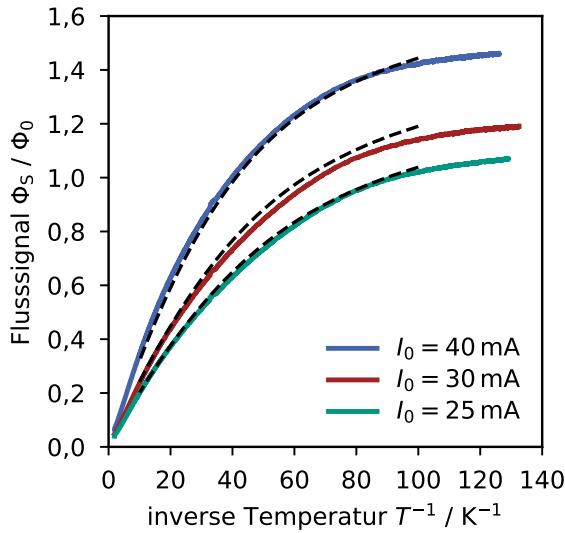


Abbildung 7.8: Gemessener Temperaturverlauf des magnetischen Flusses Φ_S im Sensor-SQUID von Messkanal 4 gegenüber der inversen Temperatur der Experimentierplattform des Kryostaten für verschiedene felderzeugende Dauerströme I_0 . Als gestrichelte Linien sind die zu erwartenden Verläufe eingezeichnet, die aus der theoretisch berechneten Magnetisierung des Temperatursensors bestimmt wurden.

Diese geringfügige Abweichung liegt im Rahmen der Fabrikationsungenauigkeiten. Die gemessenen Verläufe der Magnetisierung decken sich bis hin zu tiefen Temperaturen von $T = 10\text{ mK}$ sehr gut mit der theoretischen Vorhersage. Dies ist zum einen eine Bestätigung für die korrekte Funktion der fabrizierten Sensorschichten. Zum anderen zeigt diese Messung, dass die Temperatur des Detektorchips über einen weiten Bereich mit der Temperatur der Experimentierplattform des Kryostaten übereinstimmt, da bis auf geringfügige Abweichungen kein frühzeitiges Abkoppeln der gemessenen Magnetisierungskurven von den berechneten Verläufen zu beobachten ist. Daraus lässt sich schließen, dass das in dieser Arbeit entwickelte Detektor-Modul das Abkühlen eines magnetischen Mikrokalorimeters auf Betriebstemperaturen unter $T_0 < 10\text{ mK}$ ermöglicht und die thermische Separation zwischen Detektor- und SQUID-Chip sehr erfolgreich gelungen ist.

7.4.3 Pulshöhe

Die Detektorsignale wurden, wie in Abschnitt 3.4 beschrieben, mithilfe eines ADC-internen Algorithmus getriggert. Der Pretrigger-Bereich vor dem Signalanstieg macht 4094 Datenpunkte der insgesamt 16384 Datenpunkte jedes Signals aus. Die Abtastrate des ADC betrug 125 MHz und es wurde eine Überabtastung mit dem Faktor 64 verwendet, woraus sich eine effektive Abtastrate der Signale von $f_s = 1,95\text{ MHz}$ ergibt.

Die Amplituden der gemessenen Detektorsignale lassen sich in drei wesentliche Kategorien unterteilen, die dem radioaktiven Zerfall des ^{55}Fe mit Elektroneneinfängen aus der K-, L- oder M-Schale entsprechen⁷. Das Resultat des Elektroneneinfangs ist das Zerfallsprodukt ^{55}Mn , das sich zunächst in einem angeregten Zustand befindet. Es folgt eine Kaskade an Relaxationsprozessen, bei der eine Reihe von Röntgenquanten und

⁷Für eine verbesserte Lesbarkeit wird im Folgenden beispielsweise ein Detektorpuls infolge eines Elektroneneinfangs aus der K-Schale mit dem Ausdruck „Detektorpuls nach K-Einfang“ abgekürzt.

Auger-Elektronen emittiert wird. Da die radioaktive Quelle in die Teilchenabsorber integriert und die Signalanstiegszeit des Detektors deutlich langsamer als die Dauer der Relaxationsprozesse der ^{55}Mn -Atome ist, addiert sich die gesamte emittierte Energie zu einem einzelnen Pulssignal auf. Die Pulshöhe entspricht dabei der Bindungsenergie des eingefangenen Elektrons der entsprechenden Schale von ^{55}Mn . Diese beträgt 6539 eV für die K-Schale [Bea67, Fug80]. Die Einfänge aus den L- und M-Schalen werden von denen aus den Unterschalen L1 (769 eV) beziehungsweise M1 (84 eV) dominiert. In Abbildung 7.9a) ist für jedes dieser Einfangereignisse ein gemessenes Detektorsignal als Flusssignal im Sensor-SQUID dargestellt. Die Signale stammen von Messkanal 2P, wobei der felderzeugende Dauerstrom $I_0 = 25 \text{ mA}$ betrug und die Messung bei Basis-temperatur des Kryostaten $T \approx 7 \text{ mK}$ durchgeführt wurde. Die rechte y-Achse gibt die der gemessenen Flussänderung $\Delta\Phi_S$ entsprechende Temperaturänderung ΔT_s des Sensors

$$\Delta T_s = \Delta\Phi_S \left[\left(\frac{\delta\Phi_S}{\delta\Phi} \right) \left(\frac{\delta\Phi}{\delta T} \right) \right]^{-1} \quad (7.7)$$

an. Dabei bezeichnet $\delta\Phi_S/\delta\Phi$ die auf Basis der gemessenen Induktivität der Detektionsspulen bestimmte Fluss-zu-Fluss-Kopplung zwischen Sensor-SQUID und Detektionsspule aus Abschnitt 7.4.1. Die Temperaturabhängigkeit des magnetischen Fluxes in der Detektionsspule $\delta\Phi/\delta T$ wurde anhand von Gleichung 2.13 unter Verwendung der numerisch berechneten thermodynamischen Eigenschaften des Sensormaterials und

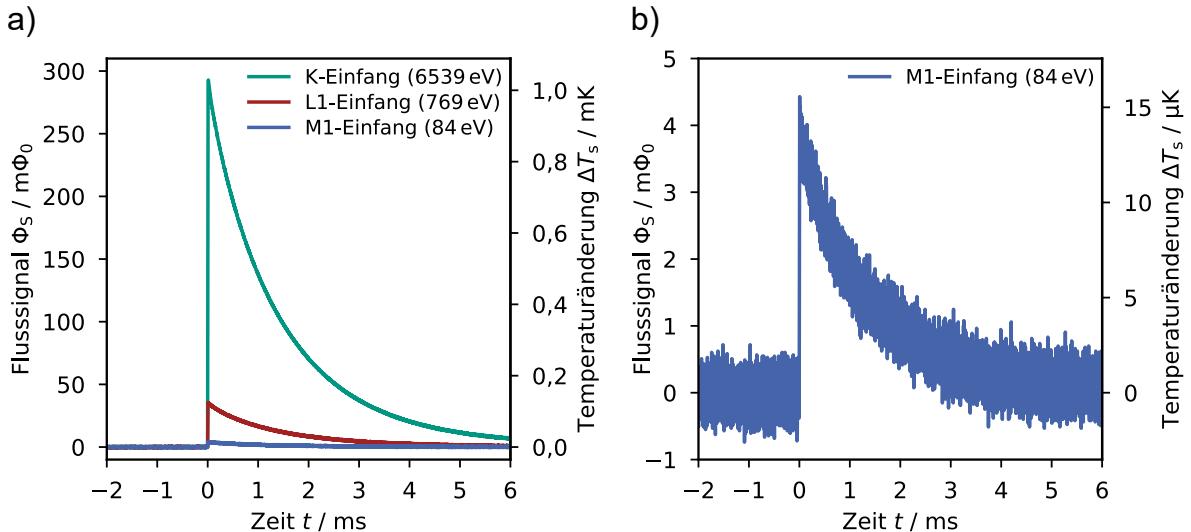


Abbildung 7.9: a) Gemessene Einzeldetektorsignale nach radioaktivem Zerfall der in den Teilchenabsorber integrierten ^{55}Fe -Quelle mit Elektroneneinfang aus der K-, L1- und M1-Schale. Die Amplituden der Signale sind mit den Bindungsenergien der Elektronen der jeweiligen Schale verknüpft. Die Signale wurden an Messkanal 2P mit einem felderzeugenden Dauerstrom von $I_0 = 25 \text{ mA}$ und bei Basistemperatur des Kryostaten $T \approx 7 \text{ mK}$ gemessen. Die rechte y-Achse gibt die zum Flusssignal entsprechende berechnete Temperaturänderung des Detektors für eine Betriebstemperatur von $T_0 = 10 \text{ mK}$ unter Vernachlässigung der Nichtlinearität des Detektors an. b) Vergrößerung des Detektorsignals nach einem M1-Einfang.

unter den Annahmen einer Betriebstemperatur von $T_0 = 10 \text{ mK}$ sowie linearem Detektorverhalten berechnet. Hierbei wird deutlich, dass sich der Detektor nach einem K-Einfang um eine Temperatur $\Delta T_s > 1 \text{ mK}$ erwärmt, was etwa 15 % seiner Betriebstemperatur entspricht. Dies führt, wie ausführlich in Abschnitt 7.5.2 erläutert, zu einer Nichtlinearität des Detektors, da die thermodynamischen Detektoreigenschaften bei einer derart großen Temperaturänderung nicht mehr als konstant angenommen werden können. Abbildung 7.9b) zeigt eine Vergrößerung des Detektorsignals nach M1-Einfang, das trotz der geringen im Detektor deponierten Energie deutlich vom Rauschen des Detektors zu unterscheiden ist.

In Abbildung 7.10a) sind gemittelte Detektorsignale nach K-Einfängen für verschiedene Temperaturen dargestellt. Abbildung 7.10b) zeigt die jeweils zugehörige Amplitude jedes Signals in gleicher Farbe gegenüber der Temperatur der Experimentierplattform des Kryostaten. Die Messung wurde an Messkanal 2P mit dem felderzeugenden Dauerstrom $I_0 = 25 \text{ mA}$ durchgeführt. Wie anhand von Gleichung 2.3 erwartet, fällt die Pulshöhe mit steigender Temperatur ab, da die Gesamtwärmekapazität des Detektors zunimmt und die Magnetisierungsänderung $\partial M / \partial T$ abnimmt. Die theoretische Vorhersage der Pulshöhe für einen Energieeintrag von $E_0 = 6539 \text{ eV}$ ist für den Temperaturbereich von $T = 10 \text{ mK}$ bis $T = 100 \text{ mK}$ als gestrichelte Linie eingezeichnet. Die Berechnung erfolgte unter Verwendung von Gleichung 2.14 und den numerisch berechneten thermodynamischen Eigenschaften des Sensormaterials aus Abschnitt 2.3. Es ist zu erkennen, dass die gemessenen Pulshöhen mit der theoretischen Vorhersage übereinstimmen. Wie auch für die Sensormagnetisierung in Abschnitt 7.4.2 kann daraus geschlussfolgert werden, dass

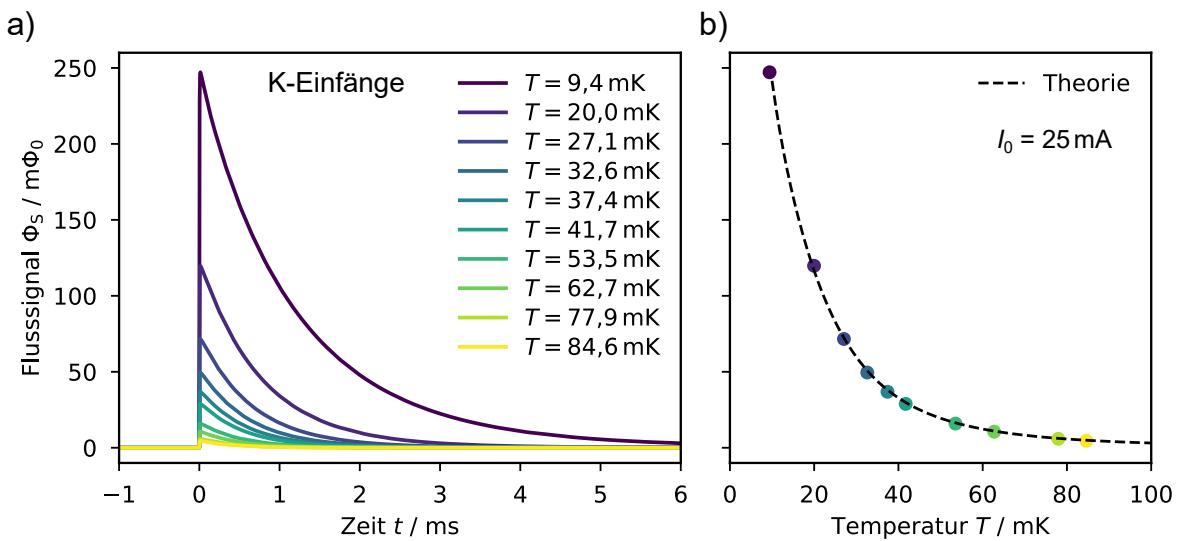


Abbildung 7.10: a) Gemittelte Detektorsignale nach K-Einfängen an Messkanal 2P für verschiedene Temperaturen T der Experimentierplattform des Kryostaten bei einem felderzeugenden Dauerstrom von $I_0 = 25 \text{ mA}$. b) Zugehörige Pulshöhen jedes Signals aus a) als Funktion der jeweiligen Temperatur T der Experimentierplattform des Kryostaten. Als schwarze Linie ist die theoretisch berechnete Vorhersage eingezeichnet.

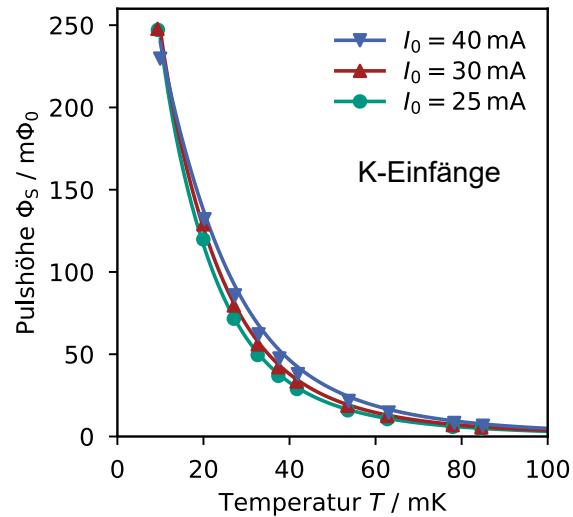


Abbildung 7.11: Mittlere gemessene Pulshöhen nach K-Einfängen an Messkanal 2P gegenüber der Temperatur der Experimentierplattform des Kryostaten für verschiedene felderzeugende Dauerströme I_0 . Als durchgezogene Linie ist jeweils die theoretisch berechnete Vorhersage eingezeichnet.

der Detektor nicht durch die Wärmedissipation des Sensor-SQUIDs beeinflusst wird und Betriebstemperaturen von $T_0 < 10 \text{ mK}$ erreicht. Abbildung 7.11 zeigt den Verlauf für $I_0 = 25 \text{ mA}$ im Vergleich zur Temperaturabhängigkeit der gemessenen Pulshöhe für die felderzeugenden Dauerströme I_0 von 30 mA und 40 mA am selben Messkanal. Auch hier ist eine sehr gute Übereinstimmung zu den jeweils als durchgezogene Linie überlagerten theoretisch bestimmten Verläufen erkennbar. Daraus lässt sich schließen, dass sich die Gesamtwärmekapazität des Detektors alleine aus den Wärmekapazitäten des Sensors und des Absorbers zusammensetzt und keine relevanten zusätzlichen Beiträge auftreten. In dem Projekt ECHo [Gas17] wurde im Gegensatz dazu bei der Ionen-Implantation von ^{163}Ho in Absorber aus Au festgestellt, dass die Ho-Ionen eine nicht zu vernachlässigende Wärmekapazität besitzen können und so zu einer signifikanten Reduktion der gemessenen Pulshöhe führen [Her21, Man22]. Dabei sei angemerkt, dass die benötigte Anzahl an Ho-Ionen für das Erreichen einer gewissen Aktivität im Detektor aufgrund der im Vergleich zu ^{55}Fe deutlich längeren Halbwertszeit etwa um einen Faktor 1700 größer ist. Daher ist es sehr wahrscheinlich, dass in dem hier diskutierten Experiment die durch das implantierte ^{55}Fe hervorgerufene Wärmekapazität im Vergleich zur Wärmekapazität der anderen Detektorkomponenten vernachlässigbar gering ist. Die vorliegende Messung bestätigt außerdem, dass die hier galvanisch abgeschiedenen Au-Absorber keine unerwartet erhöhte Wärmekapazität besitzen, wie sie im Falle von gesputterten Au-Absorbern beobachtet wurde [Fle09].

7.4.4 Signalform

In Abbildung 7.12a) ist ein auf seine Amplitude normierter, gemittelter Signalverlauf nach K-Einfang dargestellt. Die Messung wurde an Messkanal 2P mit dem felderzeugenden Dauerstrom $I_0 = 25 \text{ mA}$ bei Basistemperatur des Kryostaten $T \approx 7 \text{ mK}$ durchgeführt. Entgegen der theoretischen Beschreibung der Pulsantwortfunktion eines magnetischen Mikrokalorimeters aus Gleichung 2.24, kann die gemessene Signalform nicht durch eine einzelne Signalabfallszeit beschrieben werden. Vielmehr sind drei Ex-

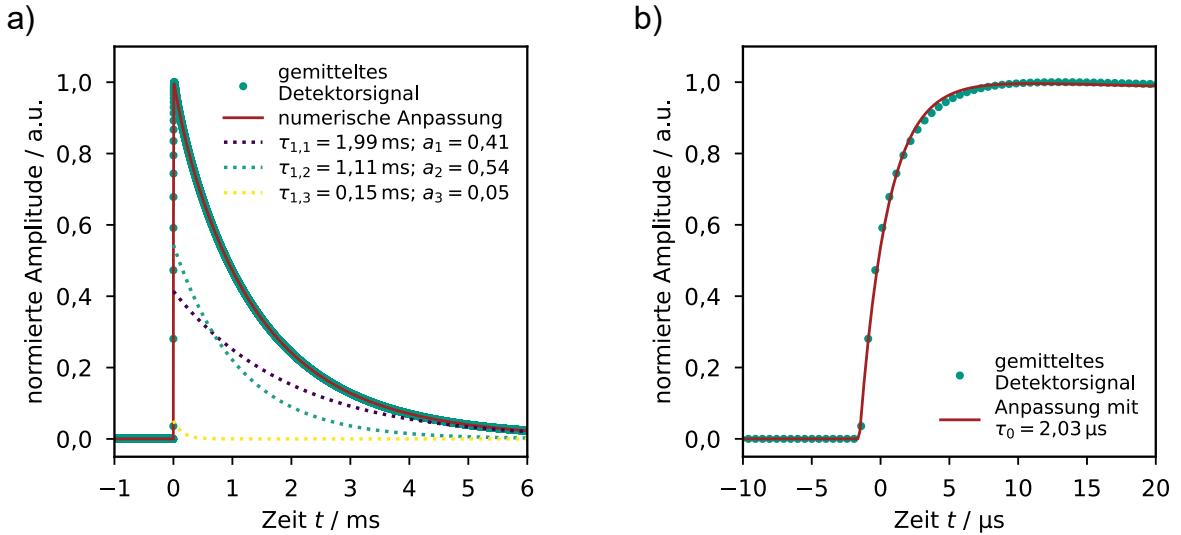


Abbildung 7.12: a) Gemitteltes und auf die Amplitude normiertes Detektorsignal nach K-Einfang an Messkanal 2P bei Basistemperatur des Kryostaten von $T \approx 7 \text{ mK}$. In roter Farbe überlagert ist eine numerische Anpassung der Signalform nach Gleichung 7.8. Die gestrichelten Linien zeigen die einzelnen Komponenten, aus denen sich der Signalabfall zusammensetzt. b) Vergrößerung in den Bereich des Signalanstiegs mit überlagerter numerischer Anpassung der Signalform aus a).

ponentialfunktionen notwendig, um die Form des Signalabfalls zu repräsentieren. Die gemessene, normierte Signalform lässt sich somit durch die Funktion

$$f(t) = \Theta(t - t_0) \left(-e^{-(t-t_0)/\tau_0} + \sum_{i=1}^3 a_i \cdot e^{-(t-t_0)/\tau_{1,i}} \right) \quad (7.8)$$

beschreiben. Dabei bezeichnet τ_0 die Signalanstiegszeit, $\tau_{1,i}$ die Komponenten des Signalabfalls mit den Amplitudenkoeffizienten a_i und $\Theta(t - t_0)$ die Heaviside-Funktion mit dem Startzeitpunkt t_0 . In Abbildung 7.12a) ist dem gemessenen Detektorsignal eine numerische Anpassung dieser Funktion in roter Farbe überlagert. Die gestrichelten Linien repräsentieren die einzelnen Exponentialfunktionen $a_i \exp(- (t - t_0) / \tau_{1,i})$ des Signalabfalls. Der gemessene Signalabfall setzt sich aus den zwei dominanten Abfallszeiten $\tau_{1,1} = 1,99 \text{ ms}$ und $\tau_{1,2} = 1,11 \text{ ms}$ und einer schwachen und kurzen Komponente $\tau_{1,3} = 0,15 \text{ ms}$ zusammen. Die dominanten Abfallszeiten unterscheiden sich etwa um einen Faktor 2 und tragen mit $a_1 = 0,41$ und $a_2 = 0,54$ ähnlich stark zur Gesamtform des Signalabfalls bei. Die Ursache der Existenz mehrerer Abfallszeiten ist nicht vollständig geklärt, deutet jedoch grundsätzlich darauf hin, dass das Detektorsystem aus mehr als nur zwei Subsystemen besteht oder mehrere Kanäle zum Wärmebad für die Thermalisierung des Detektors bestehen. Dieses Verhalten wurde bereits in vergangenen Arbeiten beobachtet, wobei sich ähnliche Verhältnisse der Amplitudenkoeffizienten und Zeitkonstanten zeigten [Sch12, Man21a]. Die schnelle Signalabfallszeit mit $\tau_{1,3} = 0,15 \text{ ms}$ wäre, wie in Abschnitt 2.3 erläutert, für einen Temperatursensor aus Au:Er zu erwarten, da das Wirtsmetall Au ein Kernquadrupolmoment trägt. Dass trotz des hier verwende-

ten Sensormaterials Ag:Er ein schneller Signalabfall existiert, könnte seine Ursache in der 100 nm dicken Au-Schicht haben, mit der die Sensorschicht zum Schutz vor Korrasion abgedeckt ist. Durch ihre Nähe zu den Er^{3+} -Ionen des Sensormaterials könnte es auch hier zu einem zusätzlichen Beitrag zur Wärmekapazität des Detektors kommen. Diese Vermutung wird dadurch untermauert, dass die Signalabfallszeit $\tau_{1,3}$ mit dem Amplitudenkoeffizienten $a_3 = 0,05$ nur schwach zum Gesamtsignal beiträgt. Für einen vollständigen Temperatursensor aus Au:Er wurde im Gegensatz dazu beobachtet, dass dieser schnelle Signalabfall einen erheblichen Anteil von mehreren zehn Prozent an dem gesamten Abfall des Detektorsignals ausmachen kann [Fle03, Kem18]. Das hier beschriebene Verhalten wurde ebenfalls in [Kra20] bei ähnlichen Volumenverhältnissen von Ag:Er-Sensor und abdeckender Au-Schicht beobachtet.

In Abbildung 7.12b) ist eine Vergrößerung des Verlaufs des Detektorsignals rund um den Signalanstieg dargestellt. Die über die Anpassung nach Gleichung 7.8 bestimmte Signalanstiegszeit ergibt sich zu $\tau_0 = 2,03 \mu\text{s}$. Es ist zu erkennen, dass die Form des Signalanstiegs nicht vollständig durch eine einzelne Exponentialfunktion beschrieben werden kann. Dabei sei jedoch angemerkt, dass die hier vorhandene geringe Datenpunktdichte auf dem Signalanstieg eine relativ hohe Unsicherheit der Anpassung zur Folge hat. Eine zukünftige dedizierte Messung des Detektorsignals mit deutlich höherer Abtastrate könnte hierbei eine tiefergehende Untersuchung der Signalform ermöglichen. Unter der Annahme einer Betriebstemperatur des Detektors von $T_0 \approx 7 \text{ mK}$ beträgt die Korringa-Zeitkonstante $\tau_K = 1 \mu\text{s}$. Der vergleichsweise langsame gemessene Signalanstieg kann also nicht alleine durch die Relaxationszeit zwischen Elektronen und magnetischen Momenten erklärt werden. Da eine Verkürzung der Anstiegszeit mit erhöhter Temperatur des Detektors zu beobachten ist, kann darauf geschlossen werden, dass sie durch einen thermischen Effekt und nicht etwa durch die Bandbreite der Ausleseelektronik bestimmt wird. Eine Abschätzung des durch die Absorberstämme entstehenden Wärmeleitwerts zwischen Absorber und Sensor ergab eine Zeitkonstante im Bereich von 10 ns und erklärt die gemessene Signalanstiegszeit daher nicht. Eine mögliche Erklärung könnte jedoch die Wärmediffusion in der Sensorschicht selbst sein, die als gesputterte Dünnenschicht eine verhältnismäßig geringe Wärmeleitfähigkeit ausweist. Da die Absorberstämme nur punktförmige Kontakte zur Sensorschicht darstellen, könnte die vollständige Thermalisierung der Sensorschicht eine vergleichsweise lange Dauer in Anspruch nehmen.

Tabelle 7.5 zeigt einen Vergleich der wie oben beschrieben bestimmten Zeitkonstanten für Detektorsignale nach K-, L1- und M1-Einfangen. Die Anstiegszeiten nach den verschiedenen Einfangereignissen stimmen sehr gut miteinander überein. Dies weist insbesondere darauf hin, dass der Signalanstieg auch bei relativ großen Energieeinträgen in den Detektor nicht durch die maximale Anstiegsrate, der sogenannten Slew-Rate, des SQUIDs und der Ausleseelektronik limitiert ist. Die ebenfalls sehr gute Übereinstimmung der verschiedenen Signalabfallszeiten impliziert, dass die Form des Detektorsignals nicht vom Energieeintrag abhängt. Dies deutet darauf hin, dass sich der Detektor im Kleinsignalbereich befindet, in dem sich die thermodynamischen Eigenschaften nur unwesentlich während eines Detektorereignisses ändern.

	Energieeintrag / eV	τ_0 / μs	$\tau_{1,1}$ / ms	$\tau_{1,2}$ / ms	$\tau_{1,3}$ / ms
6539	(K-Einfang)	2,03	1,99	1,11	0,15
769	(L1-Einfang)	2,03	1,98	1,11	0,15
84	(M1-Einfang)	2,06	1,90	1,05	0,14

Tabelle 7.5: Durch numerische Anpassung der Signalform nach Gleichung 7.8 bestimmte Signalanstiegszeit τ_0 und Signalabfallszeiten $\tau_{1,1}$, $\tau_{1,2}$ und $\tau_{1,3}$ von gemittelten und normierten Detektorpulsen nach K-, L1- und M1-Einfängen an Messkanal 2P bei Basistemperatur des Kryostaten von $T \approx 7 \text{ mK}$.

Für die Untersuchung der Temperaturabhängigkeit der Signalabfallszeit sind in Abbildung 7.13a) gemittelte und auf ihre Amplitude normierte Detektorsignale nach K-Einfängen für verschiedene Temperaturen in halblogarithmischer Darstellung gezeigt. Jeweils als gestrichelte Linie ist eine numerische Anpassung der Signalform nach Gleichung 7.8 eingezeichnet. Aus der Anpassung wurde für jede Temperatur die Komponente $\tau_{1,2}$ des Signalabfalls extrahiert, die die thermische Anbindung an das Wärmebad repräsentiert. In Abbildung 7.13b) ist die Abfallszeit $\tau_{1,2}$ gegenüber der Temperatur T der Experimentierplattform des Kryostaten aufgetragen. Zu höheren Temperaturen hin nimmt die Signalabfallszeit ab, da der Wärmeleitwert der thermischen Anbindung an das Wärmebad mit steigender Temperatur stärker zunimmt als die Gesamtwärmee-

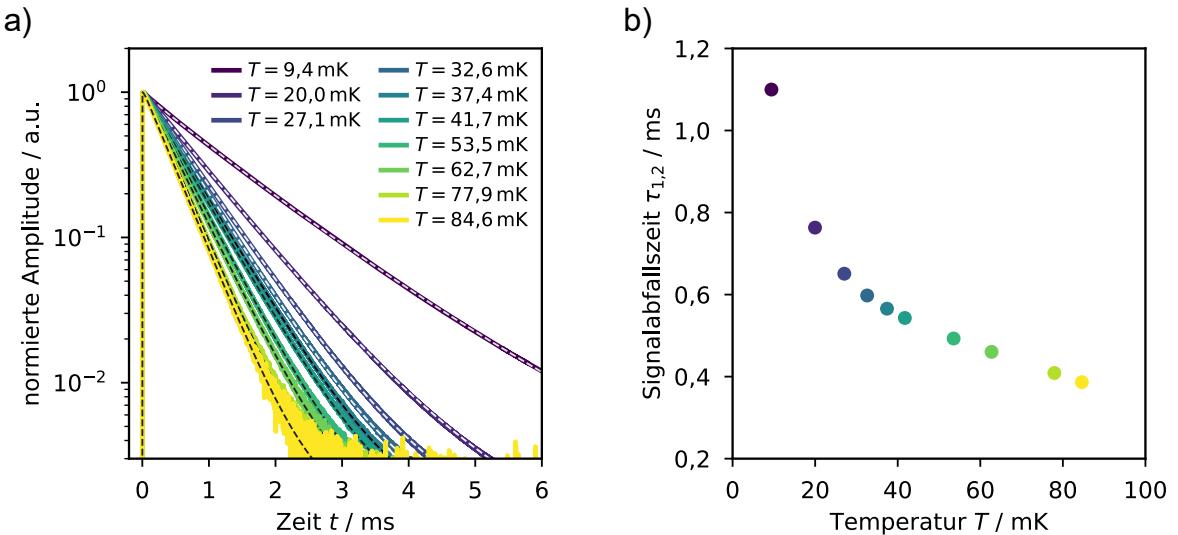


Abbildung 7.13: a) Halblogarithmische Darstellung des Zeitverlaufs von gemittelten Detektorsignalen nach K-Einfängen an Messkanal 2P für verschiedene Temperaturen T der Experimentierplattform des Kryostaten bei einem felderzeugenden Dauerstrom von $I_0 = 25 \text{ mA}$. Als gestrichelte Linie ist jeweils eine numerische Anpassung der Signalform nach Gleichung 7.8 eingezeichnet. b) Aus der Anpassung jedes Detektorsignals aus a) bestimmte Komponente $\tau_{1,2}$ des Signalabfalls in Abhängigkeit der Temperatur T der Experimentierplattform des Kryostaten.

kapazität des Detektors. Die Signalabfallszeit von $\tau_1 = 1\text{ ms}$ wird hierbei bei einer Temperatur zwischen $T = 10\text{ mK}$ und $T = 15\text{ mK}$ erreicht und entspricht somit dem angestrebten Entwurfswert.

In Abbildung 7.14 sind die mithilfe der gemessenen Signalabfallszeiten $\tau_{1,2}$ berechneten Wärmeleitwerte G_{ew} der thermischen Anbindung an das Wärmebad in Abhängigkeit der Temperatur der Experimentierplattform des Kryostaten aufgetragen. Die Berechnung erfolgte unter Verwendung des Zusammenhangs $G_{\text{ew}} = C_{\text{tot}}/\tau_{1,2}$, wobei die Gesamtwärmeleitfähigkeit C_{tot} des Detektors aus der gemessenen Signalgröße $\delta\Phi_{\text{S}}/\delta E$ mit

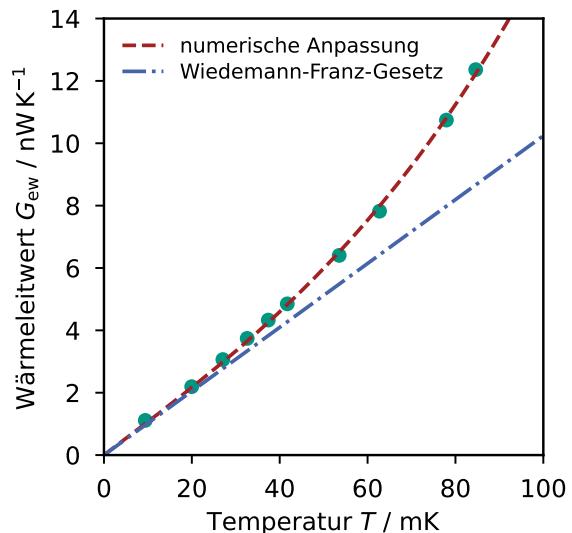
$$C_{\text{tot}} = \left[\left(\frac{\delta\Phi}{\delta T} \right) \left(\frac{\delta\Phi_{\text{S}}}{\delta\Phi} \right) \right] \left(\frac{\delta\Phi_{\text{S}}}{\delta E} \right)^{-1} \quad (7.9)$$

unter Verwendung der Gleichungen 2.13 und 2.16 sowie den numerisch bestimmten thermodynamischen Eigenschaften des Temperatursensors aus Abschnitt 2.3 berechnet wurde. Die Temperaturabhängigkeit des Wärmeleitwerts kann mit einer Funktion der Form

$$G_{\text{ew}}(T) = aT + bT^3 \quad (7.10)$$

beschrieben werden. Dabei setzt sich $G_{\text{ew}}(T)$ aus einem elektronischen Beitrag $\propto T$ mit dem Vorfaktor a und einem phononischen Beitrag $\propto T^3$ mit dem Vorfaktor b zusammen. In Abbildung 7.14 ist in roter Farbe eine numerische Anpassung von Gleichung 7.10 an die gemessenen Daten dargestellt. Dabei ergibt sich für die Koeffizienten $a = 106\text{ nW/K}^2$ und $b = 5,34\text{ }\mu\text{W/K}^4$. Es ist zu erkennen, dass die Wärmeleitung von Detektor zu Wärmebad bei Temperaturen bis etwa $T = 20\text{ mK}$ durch den elektronischen Beitrag dominiert ist, während der phononische Beitrag bei höheren Temperaturen zu einer signifikanten Abweichung von diesem linearen Verhalten führt. Der elektronische Beitrag zum Gesamtwärmeleitwert kann analog zu Gleichung 6.1 unter Verwendung des

Abbildung 7.14: Unter Verwendung der gemessenen Signalabfallszeit $\tau_{1,2}$ aus Abbildung 7.13b) bestimmte Wärmeleitwerte G_{ew} zwischen Detektor und Wärmebad in Abhängigkeit der Temperatur T der Experimentierplattform. Überlagert ist in roter Farbe eine numerische Anpassung des Verlaufs nach Gleichung 7.10 sowie in blauer Farbe die Vorhersage der elektronischen Wärmeleitfähigkeit nach dem Wiedemann-Franz-Gesetz (Gleichung 7.11).



Wiedemann-Franz-Gesetzes wie folgt beschrieben werden:

$$G_{\text{ew,el}}(T) = LT \frac{(\text{RRR} - 1)}{\rho_{\text{Au}}} \frac{db}{l} = aT. \quad (7.11)$$

Hier bezeichnet $l = 87,25 \mu\text{m}$ die Länge, $b = 20 \mu\text{m}$ die Breite, $d = 400 \text{ nm}$ die Schichtdicke und $\text{RRR} = 2$ das Restwiderstandsverhältnis der thermischen Anbindung an das Wärmebad sowie $L = 2,45 \cdot 10^{-8} \text{ W}\Omega/\text{K}^2$ die Lorenz-Zahl und $\rho_{\text{Au}} = 2,2 \cdot 10^{-8} \Omega\text{m}$ den spezifischen Widerstand von Au-Vollmaterial bei Raumtemperatur. Daraus ergibt sich der berechnete Vorfaktor zu $a = 102 \text{ nW/K}^2$. Dieser stimmt hervorragend mit dem aus der Anpassung nach Gleichung 7.10 gewonnenen Wert überein. Der berechnete Verlauf von $G_{\text{ew,el}}(T)$ ist ebenfalls in blauer Farbe in Abbildung 7.14 eingezeichnet.

7.5 Messung des Elektroneneinfang-Spektrums von ^{55}Fe

Für die Messung des Elektroneneinfang-Spektrums der in die Teilchenabsorber integrierten ^{55}Fe -Quelle wurden über eine Messdauer von etwa 90 h getriggerte Detektorsignale sowie Ruhesignale an den Messkanälen 2P, 2N, 3P, 3N, 6P und 6N aufgezeichnet. Der Kryostat wurde dabei bei Basistemperatur ($T \approx 7 \text{ mK}$) und ohne aktive Temperaturregelung betrieben. Für alle Detektoren wurde ein für diese Temperatur optimaler felderzeugender Dauerstrom von $I_0 = 25 \text{ mA}$ gewählt.

Im Vorfeld der hier beschriebenen Messungen konnte in allen Messkanälen ein Rauschbeitrag beobachtet werden, der bei den Frequenzen von $f \approx 36,2 \text{ kHz}$ und $f \approx 72,3 \text{ kHz}$ zu ausgeprägten Spitzen im Frequenzspektrum führte, die ebenfalls in Abbildung 7.7b) sichtbar sind. Dabei handelt es sich um ein Artefakt des eingesetzten Analog-Digital-Wandlers. Um den Einfluss dieses Rauschbeitrags auf das gemessene Signal-zu-Rausch-Verhältnis der Detektoren zu minimieren, wurde die Verstärkung der Detektorsignale durch die Wahl des Rückkoppelwiderstands $R_{\text{fb}} = 100 \text{ k}\Omega$ der Flussrückkopplungsschaltung höchstmöglich gewählt. Der Eingangsspannungsbereich des Analog-Digital-Wandlers beträgt $\pm 2,1 \text{ V}$ und ist damit deutlich geringer als der Spannungsbereich der SQUID-Ausleseelektronik. Daher wurde die Reset-Funktion der XXF-1 Ausleseelektronik verwendet, die den Arbeitspunkt der SQUIDs bei Überschreiten einer Ausgangsspannung von $\pm 2,0 \text{ V}$ zurücksetzt. Dabei sei angemerkt, dass dieses Zurücksetzen in allen Messkanälen mit großer Häufigkeit auftrat, die Messkanäle 3P/N jedoch mit Abständen von wenigen Sekunden am stärksten betroffen waren. Die Ursache für das ständige Zurücksetzen ist nicht geklärt. Ein Grund können Pile-Up-Ereignisse sein, da die Pulshöhe eines Detektorsignals nach K-Einfang in allen Kanälen etwa 1,2 V betrug und somit zwei zeitgleich auftretende K-Einfänge bereits ein Zurücksetzen auslösen würden. Außerdem können Shake-Up- und Shake-Off-Effekte dazu führen, dass Energien bis zur Endpunktsenergie $Q = 231 \text{ keV}$ von ^{55}Fe im Detektor deponiert werden, die ebenfalls zu einem Überschreiten der Spannungsgrenze der Reset-Funktion führen würden.

Messkanal	Anzahl Ereignisse	Aktivität
2P	574.109	1,8 Bq
2N	612.078	1,9 Bq
3P	957.270	3,0 Bq
3N	968.134	3,0 Bq
6P	555.691	1,7 Bq
6N	551.122	1,7 Bq

Tabelle 7.6: Übersicht über die in der Gesamtmeßdauer von etwa 90 h aufgezeichnete Anzahl an Detektionsereignissen je Messkanal sowie die daraus berechnete Aktivität der in die jeweiligen Teilchenabsorber integrierten ^{55}Fe -Quelle.

In Tabelle 7.6 sind die pro Messkanal aufgezeichnete Gesamtzahl an getriggerten Detektorsignalen sowie die daraus berechnete Aktivität der ^{55}Fe -Quelle in den jeweiligen Absorbern dargestellt. In die berechneten Aktivitäten gingen auch solche Detektor-signale mit ein, die die oben beschriebene Spannungsgrenze der Reset-Funktion der SQUID-Ausleseelektronik überschritten. Es sei angemerkt, dass es sich bei den angegebenen Aktivitäten nur um Richtwerte und nicht um rückführbare Werte im metrologischen Sinne handelt. Insbesondere wurden Pile-Up-Ereignisse bei der Berechnung der Aktivität nur als ein Detektionsereignis gezählt; mit den angegebenen Werten wird die tatsächliche Aktivität daher unterschätzt. Die gemessenen Aktivitäten aller Messkanäle liegen deutlich unter der bei der Ionen-Implantation angestrebten Aktivität von 5 Bq und unterscheiden sich um bis zu einen Faktor 3 von dieser. Dabei besitzen die Messkanäle 3P und 3N mit etwa 3 Bq die höchste Aktivität. Die gegenüber dem angestrebten Wert verringerte gemessene Aktivität kann nicht durch den Einfluss der Pile-Up-Ereignisse erklärt werden, da diese nur wenige Prozent an der Gesamtzahl an aufgenommenen Detektionsereignissen ausmachen. In vergangenen Arbeiten wurde bei der Ionen-Implantation von ^{163}Ho festgestellt, dass die in den Absorber implantierbare Anzahl von Ho-Ionen trotz andauernden Ionenbeschusses in Sättigung geht und die Aktivität somit, abhängig vom Absorbermaterial, auf wenige Bq limitiert ist [Gam17]. Der Grund dafür ist die geringe Eindringtiefe der Ho-Ionen in das Absorbermaterial und die damit verbundene hohe Ho-Konzentration in der oberflächennahen Absorberschicht. Der Ionenbeschuss führt dabei vermehrt zu dem Herausschlagen bereits implantierter Ho-Ionen aus dem Absorber. Es ist jedoch unwahrscheinlich, dass das Herausschlagen bereits implantierter Fe-Ionen der Grund für die hier beobachtete verringerte Aktivität ist, da die Halbwertszeit von ^{55}Fe gegenüber ^{163}Ho deutlich geringer ist und somit für das Erreichen der gleichen Aktivität eine um etwa einen Faktor 1700 verringerte Anzahl von Fe-Ionen benötigt wird. Es wird daher davon ausgegangen, dass die Sättigungsaktivität für die im Rahmen von PrimA-LTD angestrebte Aktivität nicht erreicht wurde. Ein wahrscheinlicher Grund für die geringe Aktivität in den hier beschriebenen Detektoren könnte ein inhomogener Ionenbeschuss und eine damit verbundene inhomogene Verteilung der implantierten Fe-Ionen auf dem Chip sein. Eine solche Inhomogenität wurde in [Nie25] anhand einer Autoradiografie an einem im Rahmen von PrimA-LTD hergestellten Testchip festgestellt.

Die Auswertung der Messdaten hin zu einem Elektroneneinfang-Spektrum wurde für alle Messkanäle separat durchgeführt, bevor alle Datensätze zu einem Summenspektrum

zusammengefasst wurden. Dies beinhaltete zum einen die Analyse der Detektorsignale mit den in Abschnitt 3.4 erläuterten Methoden. Der dort beschriebene Musterpuls wurde für jeden Messkanal durch Mittelung von Detektorsignalen nach K-Einfängen berechnet. Ferner erfolgte die Korrektur von Fluktuationen der Betriebstemperatur sowie die Energiekalibration unter Berücksichtigung von nichtlinearem Detektorverhalten. Im Folgenden wird das Vorgehen bei der Datenauswertung exemplarisch für Messkanal 2P diskutiert. Auf Unterschiede bei der Auswertung der anderen Messkanäle wird an entsprechender Stelle hingewiesen.

7.5.1 Intrinsische Energieauflösung

Allen Ruhesignalen eines Messkanals kann eine Amplitude zugeordnet werden, indem auf sie das gleiche optimale Filter angewendet wird, das auch für die Analyse der Detektorsignale zur Verwendung kommt⁸. Die Halbwertsbreite ΔE_{FWHM} der resultierenden Amplitudenverteilung spiegelt die intrinsische Energieauflösung des Detektors wider und ist in erster Näherung unabhängig von Temperaturfluktuationen und dem Energieeintrag in den Detektor. In Abbildung 7.15 sind die Amplitudenverteilungen der Ruhesignale der Messkanäle 2P und 6P dargestellt, die unter Annahme eines linearen Zusammenhangs auf die Energie des Musterpulses kalibriert wurden. Die Daten wurden bei Basistemperatur des Kryostaten von $T \approx 7 \text{ mK}$ und mit einem felderzeugenden

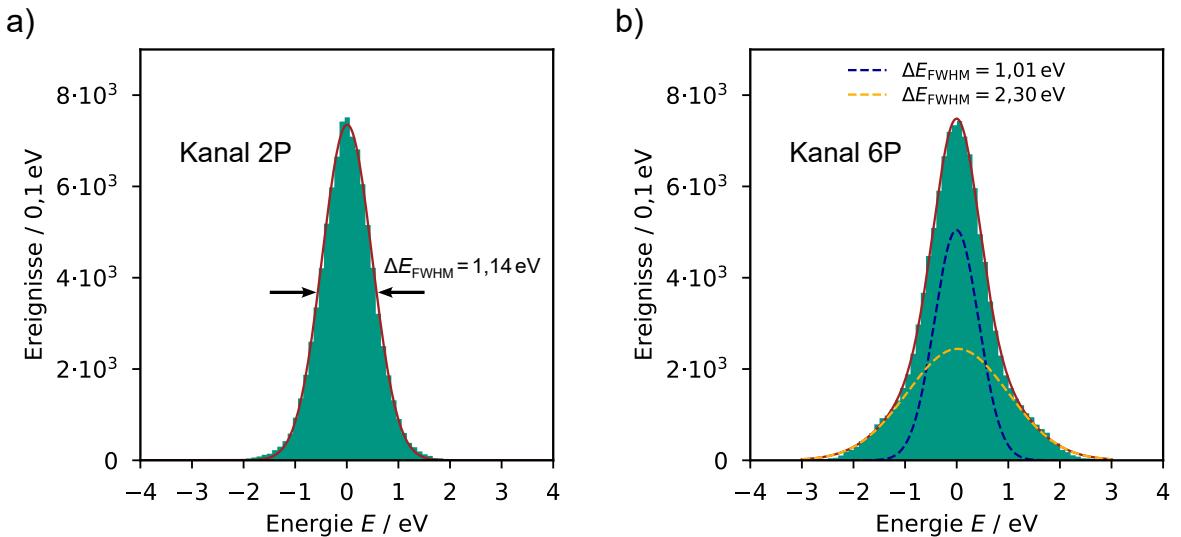


Abbildung 7.15: Gemessene Amplitudenverteilung der Ruhesignale der Messkanäle a) 2P und b) 6P, die bei Basistemperatur des Kryostaten von $T \approx 7 \text{ mK}$ und mit einem felderzeugenden Dauerstrom von $I_0 = 25 \text{ mA}$ aufgezeichnet wurden. In a) ist in roter Farbe die Anpassung einer Gaußkurve überlagert. In b) setzt sich die Anpassung an die Amplitudenverteilung aus der Summe der zwei als gestrichelte Linien eingezeichneten Gaußkurven unterschiedlicher Breite zusammen, deren Summe als rote Linie dargestellt ist.

⁸Da Ruhesignale definitionsgemäß keinen Trigger-Jitter besitzen, erfolgte die Bestimmung der Amplitude allein durch Anwendung von Gleichung 3.6.

Dauerstrom von $I_0 = 25 \text{ mA}$ aufgezeichnet. Es ist zu erkennen, dass die Amplituden der Ruhesignale von Messkanal 2P die erwartete Gaußverteilung aufweisen. Die zugehörige intrinsische Energieverteilung des Detektors wurde über die Anpassung einer Gaußkurve bestimmt und beträgt $\Delta E_{\text{FWHM}} = 1,14 \text{ eV}$. Dieser Wert stimmt sehr gut mit dem erwarteten Wert der Energieauflösung von $\Delta E_{\text{FWHM, theo}} = 1,0 \text{ eV}$ aus Abbildung 7.1a) für eine Betriebstemperatur von $T_0 = 10 \text{ mK}$ überein. Die Messkanäle 2N, 3P und 3N besitzen eine ähnliche Amplitudenverteilung ihrer Ruhesignale und eine vergleichbare Energieauflösung. Eine Besonderheit ergab sich bei den Messkanälen 6P und 6N, die, wie in Abbildung 7.15b) dargestellt, eine teilweise Verbreiterung ihrer Amplitudenverteilung aufweisen. Diese kann über die Summe zweier Gaußkurven mit den Halbwertsbreiten $1,01 \text{ eV}$ und $2,30 \text{ eV}$ beschrieben werden. Die Ursache für die Verbreiterung ist nicht geklärt. Untersuchungen zeigten jedoch, dass es sich weder um einen zeitabhängigen noch um einen temperaturabhängigen Effekt handelt. Ungeachtet dessen besitzen alle Messkanäle eine hervorragende intrinsische Energieauflösung.

7.5.2 Temperaturkorrektur und Energiekalibration

Obwohl jeder der genutzten Detektorchips einen Detektor mit asymmetrischen Temperatursensoren besitzt, mit dem die direkte Messung von Fluktuationen der Chip-temperatur möglich ist, wurde die damit gewonnene Temperaturinformation aus zwei Gründen nicht für die Temperaturkorrektur der gemessenen Pulshöhen genutzt. Zum einen wird mit diesem Detektor nur die lokale Chiptemperatur an dessen unmittelbarer Position gemessen. Die Detektorpixel mit integrierter ^{55}Fe -Quelle, die für die Messung des Elektroneneinfang-Spektrums genutzt werden, können mehrere davon Millimeter entfernt und somit unterschiedlichen Temperaturschwankungen ausgesetzt sein. Zum anderen war, wie in Tabelle 7.4 aufgeführt, der entsprechende Messkanal auf einem der verwendeten Detektorchips nicht nutzbar. Um eine einheitliche Methode der Temperaturkorrektur für alle Messkanäle zu verwenden, wurde daher der zeitliche Verlauf der Pulshöhe jedes individuellen Detektorpixels an einer (idealerweise) monoenergetischen Spektrallinie genutzt.

In Abbildung 7.16 ist der zeitliche Verlauf der gemessenen Pulshöhe der Detektorsignale nach K-Einfängen an Messkanal 2P als Funktion der Pulsnummer für die gesamte Messdauer aufgetragen. Hierbei fasst jede Flächeneinheit des Diagramms mehrere Datenpunkte zusammen. Die Anzahl an Datenpunkten pro Flächeneinheit ist farblich kodiert. Es ist zu erkennen, dass die Pulshöhe im Allgemeinen über die Messdauer ansteigt. Dies ist damit zu erklären, dass die Kryostattemperatur im Laufe der Messdauer stetig abgefallen war, was in einem Anstieg der Signalgröße resultierte. Eine Angabe der absoluten Temperaturänderung der Experimentierplattform des Kryostaten ist nicht möglich, da sich diese in der gesamten Messdauer unterhalb des vom Thermometer erfassbaren Temperaturbereichs von $T < 7 \text{ mK}$ befand. Eine sehr einfache Methode für die Korrektur dieses allgemeinen Temperaturdrifts wäre die Division der Datenpunkte durch eine an den Temperaturdrift angepasste Gerade. Es ist jedoch zu erkennen, dass

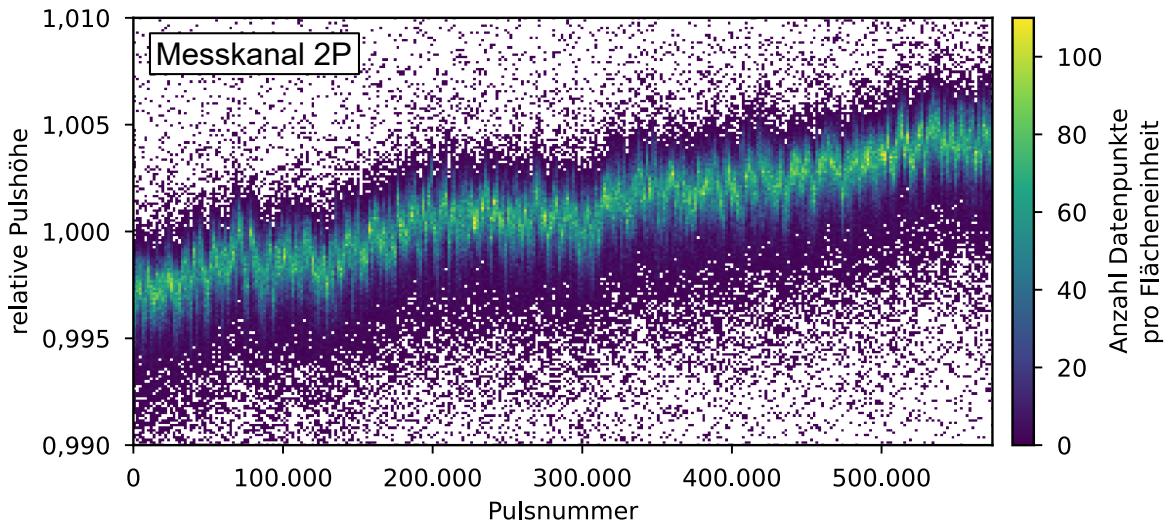


Abbildung 7.16: Zeitlicher Verlauf der Pulshöhe nach K-Einfang von Messkanal 2P als Funktion der Pulsnummer. Die in einer Flächeneinheit des Diagramms zusammengefasste Anzahl an Datenpunkten ist farblich kodiert. Der globale Anstieg der Pulshöhe ist durch das stetige Abfallen der Kryostattemperatur über den Messzeitraum zu erklären.

die Pulshöhe auch auf kurzer Zeitskala Schwankungen ausgesetzt ist, die sich durch eine lineare Temperaturkorrektur nicht korrigieren lassen.

Um zu überprüfen, ob die Schwankungen auf kurzer Zeitskala der Pulshöhe ebenfalls ein Resultat von Temperaturvariationen des Kryostaten sind, wurden eine Reihe von Untersuchungen angestellt. In Abbildung 7.17 ist ein Ausschnitt des zeitlichen Verhaltens der gemessenen Pulshöhen nach K-Einfangen von Messkanal 2P und 2N im gleichen zeitlichen Intervall dargestellt. Als Linien überlagert ist jeweils der unter Verwendung eines gleitenden Mittelwerts mit einer Fensterlänge von $l = 12$ Datenpunkten gemittelte Verlauf der Pulshöhen. Anhand dieser beiden Linien ist zu erkennen, dass die Pulshöhen beider Pixel sehr ähnlichen Schwankungen ausgesetzt sind. Die relative Schwankung der Pulshöhe in dem dargestellten Zeitausschnitt beträgt in beiden Fällen etwa $\Delta E/E \approx 4 \cdot 10^{-3}$. An der Spektrallinie der K-Einfänge mit der Energie $E = 6539$ eV resultiert aus dieser Schwankung bereits eine Linienverbreiterung von etwa $\Delta E = 26$ eV, was eine signifikante Verschlechterung der Energieauflösung des gemessenen Energiespektrums bedeutet. Da die beiden Detektorpixel sehr nahe beieinander positioniert sind, liegt die Vermutung nahe, dass die Ursache der Schwankung die identische Fluktuation der Betriebstemperaturen beider Detektoren ist. Die Veränderung der Betriebstemperatur führt zu einer Veränderung der Gesamtwärmekapazität C_{tot} sowie der Magnetisierungsänderung $\partial M/\partial T$ beider Detektoren und verursacht somit, wie Gleichung 2.3 darlegt, eine Veränderung der gemessenen Pulshöhe beider Detektoren. Mit dem Zusammenhang $\Delta E/E \approx \Delta T/T$ ergibt sich eine Temperaturschwankung von $\Delta T = 28 \mu\text{K}$ bei der Betriebstemperatur von $T = 7 \text{ mK}$.

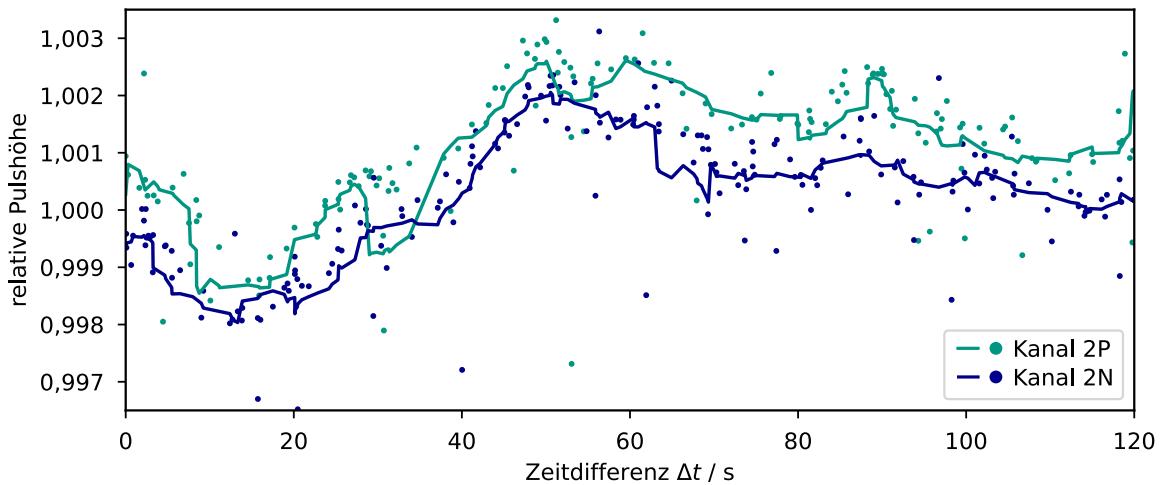


Abbildung 7.17: Ausschnitt des zeitlichen Verlaufs der Pulshöhe nach K-Einfang von Messkanal 2P (grüne Punkte) und Messkanal 2N (blaue Punkte) im gleichen Zeitintervall. Jeweils als Linie gleicher Farbe ist der gemittelte Verlauf überlagert, der unter Verwendung eines gleitenden Mittelwerts mit der Fensterlänge von $l = 12$ Datenpunkten berechnet wurde. Die Pulshöhen beider Kanäle sind sehr ähnlichen zeitlichen Schwankungen ausgesetzt.

Abbildung 7.18a) zeigt den Zusammenhang der gemittelten Pulshöhen von Messkanal 2P mit den zeitgleich bestimmten gemittelten Pulshöhen von Messkanal 2N im gesamten Verlauf der Messdauer. Die Mittelung der Pulshöhen erfolgte wie in Abbildung 7.17 unter Anwendung eines gleitenden Mittelwerts. An den Zusammenhang kann eine Gerade angepasst werden, die in Abbildung 7.18a) als schwarze gestrichelte Linie dargestellt ist. Lägen alle Messpunkte auf dieser Geraden, so würden die beiden Linien in Abbildung 7.17 zu jedem Zeitpunkt der exakt gleichen Schwankung relativ zu ihrem jeweiligen Mittelwert ausgesetzt sein. Dies würde bedeuten, dass beide Detektorpixel auf absolut gleiche Art und Weise von den Temperaturfluktuationen des Chips beeinflusst wären. Tatsächlich konzentriert sich der Großteil der gemessenen Pulshöhen auf die eingezeichnete Gerade. Die relative Abweichung jedes Datenpunkts von der Geraden entlang der y-Achse ist in Abbildung 7.18b) in einem Histogramm aufgetragen. Es ist zu erkennen, dass diese Abweichungen eine gaußartige Verteilung besitzen. In blauer Farbe ist die Anpassung einer Gaußkurve an die Verteilung dargestellt. Die Standardabweichung $\sigma = 5,0 \cdot 10^{-4}$ der angepassten Gaußkurve ist erheblich kleiner als die relative Pulshöhenschwankung $\Delta E/E \approx 4 \cdot 10^{-3}$ aus Abbildung 7.17. Daher kommt die Verbreiterung der Verteilung hauptsächlich durch das unkorrelierte intrinsische Detektorrauschen der beiden Pixel zustande. Die darüber hinausgehenden Schwankungen der Pulshöhen sind hingegen für beide Pixel sehr ähnlich. Hieraus kann geschlussfolgert werden, dass die Ursache für diese Pulshöhenvariationen Schwankungen der Chiptemperatur sind. Die Korrektur dieser Temperaturschwankungen ist essentiell für das Erreichen einer geringen Energieauflösung ΔE_{FWHM} im gemessenen Elektroneneinfang-Spektrum, wie anhand obiger Rechnung demonstriert wurde.

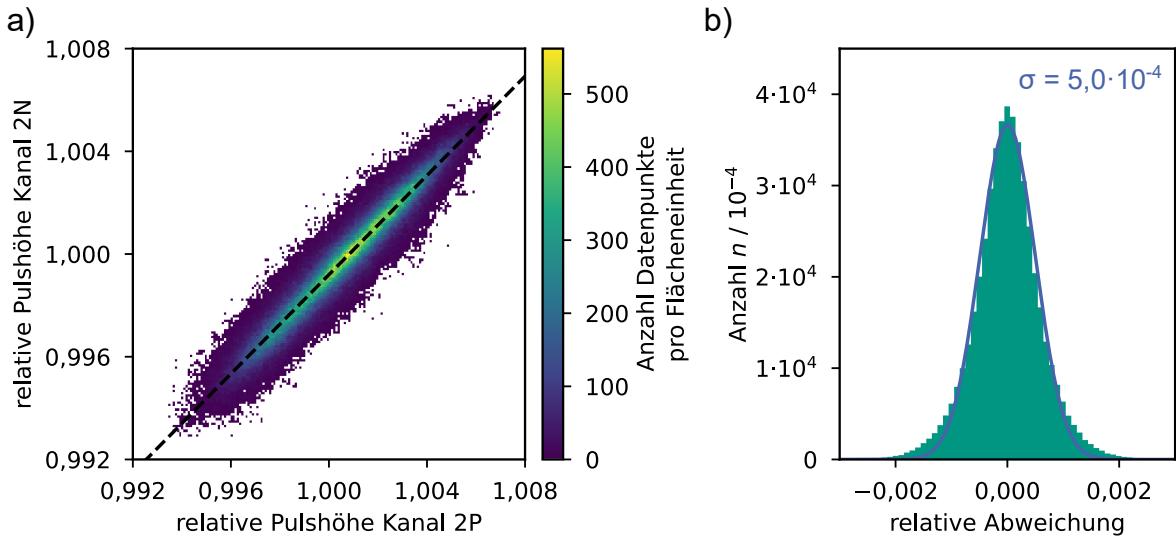


Abbildung 7.18: a) Zusammenhang zwischen den zeitgleich an Messkanal 2P und an Messkanal 2N bestimmten und unter Verwendung eines gleitenden Mittelwerts gemittelten Pulshöhen nach K-Einfängen in der gesamten Messdauer. Die in einer Flächeneinheit des Diagramms zusammengefasste Anzahl an Datenpunkten ist farblich kodiert. Bei der schwarzen gestrichelten Linie handelt es sich um die Anpassung einer Geraden an die Datenwolke. b) Histogramm der relativen Abweichung jedes Datenpunkts aus a) zur schwarz gestrichelten Geraden entlang der y-Achse. Als blaue Linie ist die Anpassung einer Gaußkurve an die Verteilung dargestellt. Aus der geringen Standardabweichung der angepassten Gaußkurve von $\sigma = 5,0 \cdot 10^{-4}$ lässt sich schließen, dass die Pulshöhen beider Messkanäle über der gesamten Messdauer ähnlichen Temperaturschwankungen ausgesetzt sind.

Eine mögliche Variante der Korrektur dieser Temperaturschwankungen ist, auf den zeitlichen Verlauf der Pulshöhen eines Detektorpixels einen gleitenden Mittelwert anzuwenden und die gemessenen Pulshöhen des Nachbarpixels mit diesem gemittelten Verlauf zu korrigieren. Die Fensterlänge l des gleitenden Mittelwerts muss dabei gering genug gewählt werden, um die oben gezeigten Temperaturschwankungen auf kurzer Zeitskala zu erfassen. Eine zu kleine Fensterlänge wirkt sich jedoch wiederum negativ auf die Energieauflösung aus, da so auch die Schwankungen der Pulshöhe aufgrund des intrinsischen Detektorrauschen in die Korrektur einfließen würden, die mit dem Rauschen des zu korrigierenden Pixels jedoch nicht korreliert sind.

Die oben beschriebene Variante der Temperaturkorrektur konnte in dieser Form nicht umgesetzt werden, da die Verläufe der Pulshöhen der Messkanäle 3P/N eine im Folgenden beschriebene Besonderheit aufwiesen und darauf abgezielt wurde, für jeden Kanal identische Auswertemethoden zu verwenden. In Abbildung 7.19 ist der zeitliche Verlauf der Pulshöhe nach K-Einfängen von Messkanal 3P für die gesamte Messdauer dargestellt. Es ist zu erkennen, dass dieser nicht wie im Falle von Messkanal 2P in Abbildung 7.16 stetig ist. Stattdessen kommt es abschnittsweise zu Sprüngen der mittleren Pulshöhe, wobei in der Dauer und der mittleren Pulshöhe der einzelnen Zeitabschnitte keine Systematik zu erkennen ist. Der Grund für die Unstetigkeiten könnte mit dem

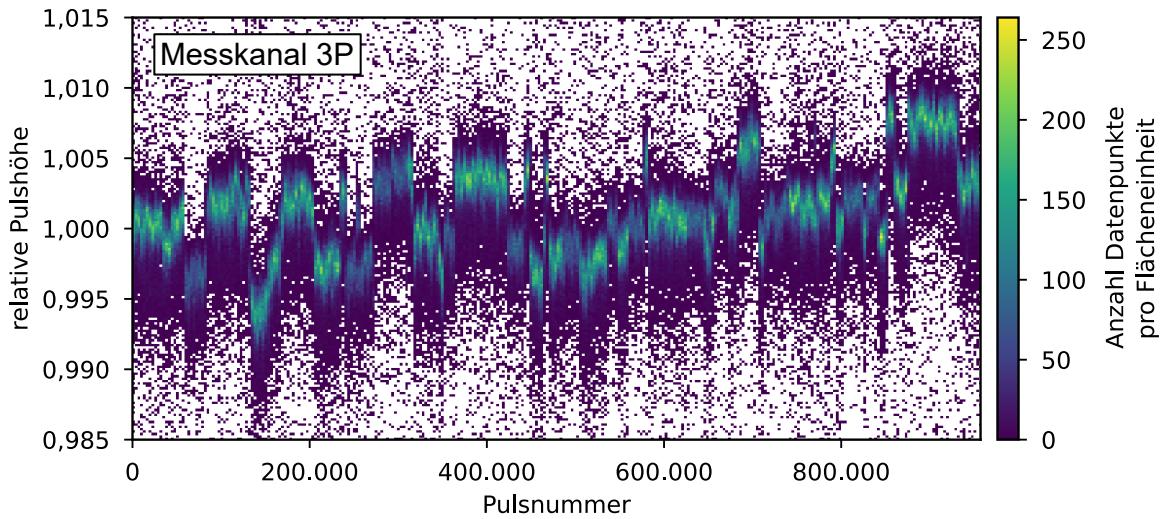


Abbildung 7.19: Zeitlicher Verlauf der Pulshöhe nach K-Einfang von Messkanal 3P als Funktion der Pulsnummer. Die in einer Flächeneinheit des Diagramms zusammengefasste Anzahl an Datenpunkten ist farblich kodiert. Der Verlauf weist einige Unstetigkeiten auf. Die Ursache hierfür könnte, wie im Haupttext beschrieben, das Verschieben des SQUID-Arbeitspunktes aufgrund von Flusssprüngen sein.

vorher beschriebenen regelmäßigen Zurücksetzen des SQUID-Arbeitspunktes an diesen Messkanälen zusammenhängen. Die Periodizität der I - U -Kennlinie des SQUIDs führt zu mehreren erlaubten Arbeitspunkten im Flussrückkopplungsbetrieb. Beim Zurücksetzen des Arbeitspunktes kann es daher dazu kommen, dass sich der neue Arbeitspunkt auf der benachbarten Periode der I - U -Kennlinie einstellt. Dieser Vorgang wird auch als Flusssprung bezeichnet [Pré16]. Der Fluss-zu-Spannungs-Transferkoeffizienten U_Φ des neu eingestellten Arbeitspunktes kann sich dabei zu dem des vorherigen unterscheiden. Da der Rauschbeitrag des SQUIDs zum Gesamtrauschen des Detektors von U_Φ abhängt [Dru96], kann ein neuer Arbeitspunkt auch ein verändertes Detektorrauschen zur Folge haben. Bei der Verwendung eines optimalen Filters zur Amplitudenschätzung wird jedoch von stationärem Detektorrauschen in der gesamten Messdauer aus gegangen. Das Anwenden eines Filters auf Detektorsignale, die bei unterschiedlichen SQUID-Arbeitspunkten gemessen worden sind, kann somit zu verschiedenen mittleren Pulshöhen und dadurch zu den beobachteten Unstetigkeiten im Zeitverlauf der Pulshöhe führen. Eine weitere Ursache könnte sein, dass sich durch das Einstellen eines neuen SQUID-Arbeitspunktes auch der Strom im Rückkoppelkreis des in Flussrückkopplung betriebenen SQUIDs ändert. Die damit verbundene, veränderte Wärmedissipation in der Umgebung des Detektors könnte zu einer sprunghaften Änderung seiner Betriebstemperatur und damit zu einer Veränderung der mittleren Pulshöhe führen. Die Zeitpunkte der Unstetigkeiten sind für die Messkanäle 3P und 3N identisch, da sie von demselben SQUID-Aufbau ausgelesen wurden. Jedoch unterscheidet sich die Änderung der Pulshöhe an einer Unstetigkeit für beide Messkanäle, wobei auch hier keine Systematik zu erkennen ist. Daher war die Anwendung des oben beschriebenen Korrek-

turverfahrens der Temperaturfluktuationen unter Verwendung des Nachbarpixels nicht möglich.

Die in dieser Arbeit letztlich umgesetzte Methode der Temperaturkorrektur bestand aus der Korrektur jedes Detektorpixels mit der eigenen, aus den Pulshöhen nach K-Einfängen extrahierten Temperaturinformation. Die oben beschriebenen Unstetigkeiten bei den Messkanälen 3P und 3N werden hierbei ebenfalls auf einen geraden Verlauf korrigiert. Es ist jedoch zu beachten, dass die Wahl zu kleiner Fensterlängen l des gleitenden Mittelwerts die Linienbreite der K-Einfänge künstlich verringern kann. Im Extremfall ($l = 1$ Datenpunkt) würde jeder Datenpunkt durch sich selbst dividiert werden, was in einer verschwindend geringen Linienbreite der K-Einfänge resultieren würde. Betrachtet man jedoch beispielsweise die aus der Korrektur resultierende Linienbreite der L1-Einfänge, so lässt sich eine optimale Fensterlänge finden, die die Temperaturfluktuationen auf kurzer Zeitskala einerseits erfasst, jedoch andererseits nicht das intrinsische Detektorrauschen korrigiert. In Abbildung 7.20a) ist ein Ausschnitt des zeitlichen Verlaufs der Pulshöhen der K-Einfänge von Messkanal 2P als Funktion der Pulsnummer dargestellt. Die überlagerte blaue Linie stellt den Verlauf eines gleitenden Mittelwerts mit der Fensterlänge von $l = 12$ Datenpunkten dar. Die Temperaturkorrektur mit dieser Fensterlänge minimiert die Linienbreite der L1-Einfänge desselben Messkanals. Um den Verlauf zu glätten, wurde eine Spline-Interpolation 3. Grades durch jeden l -ten

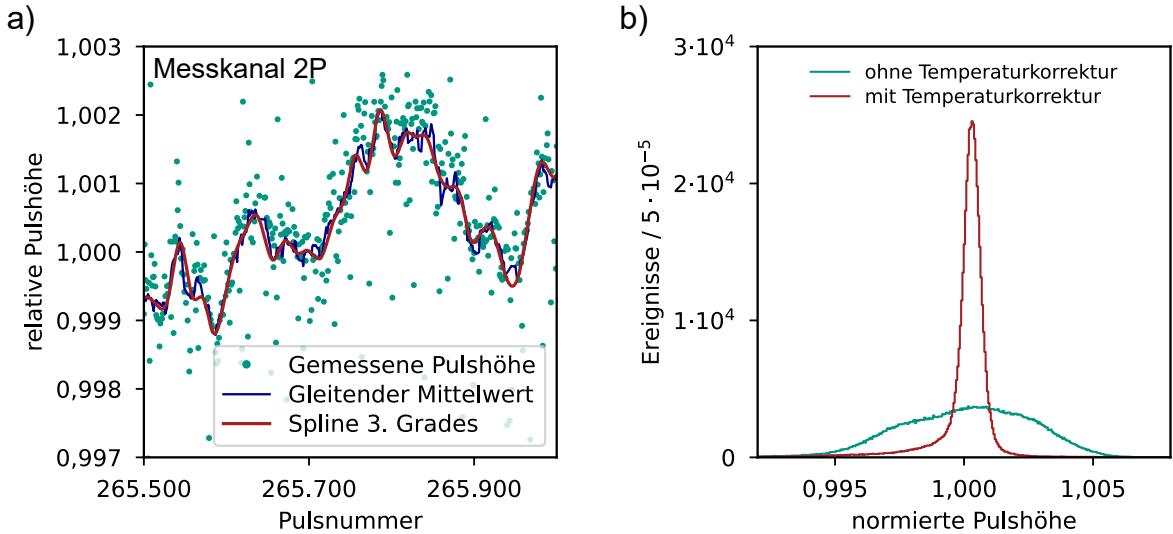


Abbildung 7.20: a) Ausschnitt des zeitlichen Verlaufs der Pulshöhe nach K-Einfang von Messkanal 2P als Funktion der Pulsnummer. Als blaue Linie ist der unter Verwendung eines gleitenden Mittelwerts mit der Fensterlänge von $l = 12$ Datenpunkten gemittelte Verlauf eingezeichnet. Die rote Linie ist die Spline-Interpolation durch jeden l -ten Datenpunkt des blauen Verlaufs, die für die Temperaturkorrektur verwendet wurde. b) Histogramm der Pulshöhen nach K-Einfängen von Messkanal 2P vor und nach Anwendung der Temperaturkorrektur. Die beiden Verteilungen wurden auf ihren jeweiligen Mittelwert normiert. Es zeigt sich eine signifikante Verringerung der Linienbreite durch die Korrektur.

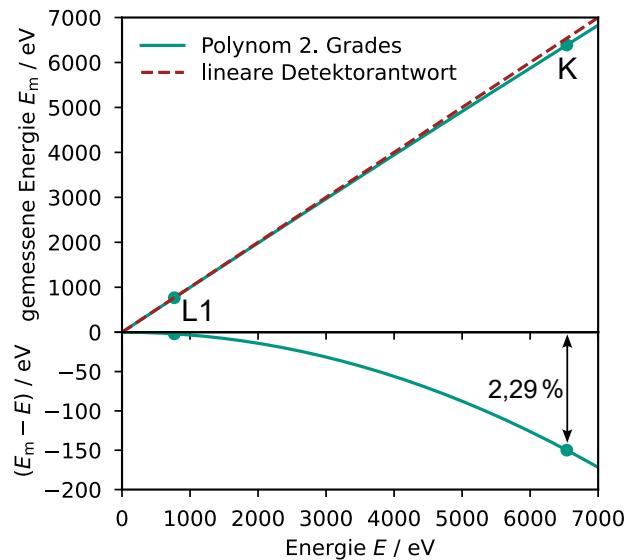
Punkt des gemittelten Verlaufs durchgeführt, die als rote Linie eingezeichnet ist. Die anhand der Spline-Interpolation korrigierten Pulshöhen der K-Einfänge sind in Abbildung 7.20b) in roter Farbe als Histogramm aufgetragen. Als Vergleich ist in grüner Farbe das Histogramm der unkorrigierten Pulshöhen dargestellt. Beide Verteilungen wurden auf ihren jeweiligen Mittelwert normiert. Es ist zu erkennen, dass sich die Spektrallinie durch die Temperaturkorrektur deutlich verschmälert und die Form einer Gaußverteilung annimmt. Im Falle der anderen Messkanäle nahmen die optimalen Fensterlängen l des gleitenden Mittelwerts Werte zwischen $l = 5$ Datenpunkten und $l = 20$ Datenpunkten an.

Die Bestimmung der Nichtlinearität eines jeden Detektorpixels erfolgte durch den Vergleich der gemessenen mittleren Pulshöhen nach K- und L1-Einfängen mit den jeweiligen Literaturangaben für die im Detektor deponierte Energie E . Diese beträgt 6539,0 eV für K-Einfänge und 769,0 eV für L1-Einfänge [Bea67]. In Abbildung 7.21 sind die jeweiligen mittleren Pulshöhen von Messkanal 2P, umgerechnet in gemessene Energien E_m , gegenüber der im Detektor deponierten Energie E aufgetragen. Außerdem ist als grüne Linie die Anpassung eines Polynoms zweiten Grades der Form

$$E_m = aE^2 + bE \quad (7.12)$$

an die Datenpunkte eingezeichnet. Die rote Linie gibt den Verlauf nach obiger Gleichung unter Vernachlässigung des quadratischen Anteils an und spiegelt das Verhalten eines idealen, das heißt vollständig linearen, Detektors wider. Im unteren Teil der Abbildung ist die Differenz aus gemessener und deponierter Energie dargestellt. Für die Messung eines K-Einfangs ergibt sich für das hier gezeigte Detektorpixel eine Nichtlinearität von 2,29 %. Der Grund für die Nichtlinearität ist, dass sich der Detektor bei einem Energieeintrag von 6539 eV um etwa 15 % seiner Betriebstemperatur erwärmt (vergleiche Abbildung 7.9a). Die Wärmekapazität des Detektors C_{tot} und die Magnetisierungsänderung $\partial M / \partial T$ weichen dadurch wesentlich von ihrem Arbeitspunkt ab.

Abbildung 7.21: Mittlere gemessene Energie E_m nach L1- und K-Einfängen an Messkanal 2P gegenüber der im Detektor deponierten Energie E . Die obere grüne Linie stellt eine Anpassung von Gleichung 7.12 an die Datenpunkte dar. Die rote gestrichelte Linie bildet nur den linearen Anteil der Anpassung ab. Der untere Teil der Abbildung gibt die Nichtlinearität des Detektors in Abhängigkeit der deponierten Energie E an. Für die K-Einfänge ergibt sich eine Nichtlinearität von 2,29 %.



Die Nichtlinearitäten infolge eines K-Einfangs der anderen Messkanäle liegen zwischen 2,23 % und 2,44 % und zeigen damit eine unwesentliche Abweichung von dem hier gezeigten Verhalten. Die aus der Anpassung nach Gleichung 7.12 gewonnenen Parameter wurden genutzt, um jeder gemessenen Pulshöhe einen Energiewert zuzuordnen.

7.5.3 Gemessenes Elektroneneinfang-Spektrum eines einzelnen Messkanals

In diesem Abschnitt wird exemplarisch das gemessene Elektroneneinfang-Spektrum von Messkanal 2P diskutiert. Da die gemessenen Spektren aller Messkanäle sehr ähnliche Eigenschaften und Merkmale aufweisen, ist die Diskussion an diesem Einzelkanal-Spektrum repräsentativ für alle Messkanäle. Für die Erstellung des Spektrums wurde die Pulshöhe jedes Detektorsignals mit einem optimalen Filter bestimmt, einer Temperaturkorrektur unterzogen und schließlich unter Beachtung der Nichtlinearität des Detektors einem Energiewert zugeordnet. Die einzelnen Schritte hierfür wurden im vorangegangenen Abschnitt ausführlich beschrieben.

In Abbildung 7.22 ist das gemessene Elektroneneinfang-Spektrum von Messkanal 2P dargestellt. In das dargestellte Spektrum wurden ausschließlich Detektorsignale mit einem reduzierten χ^2 -Wert von $\chi^2_{\text{red}} < 10$ einbezogen (vergleiche Abschnitt 3.4). Dadurch wurden die meisten Pile-Up-Ereignisse sowie von Störungen überlagerte Detektorsignale ausgeschlossen, die etwa 3,9 % der Gesamtanzahl der aufgezeichneten Detektorsignale von diesem Messkanal ausmachen. Es sei angemerkt, dass die relativen Intensitäten der Spektrallinien durch das Verwerfen von Detektorsignalen systematisch verfälscht werden können. Für die Bestimmung der relativen Elektroneneinfang-Wahrscheinlichkeiten

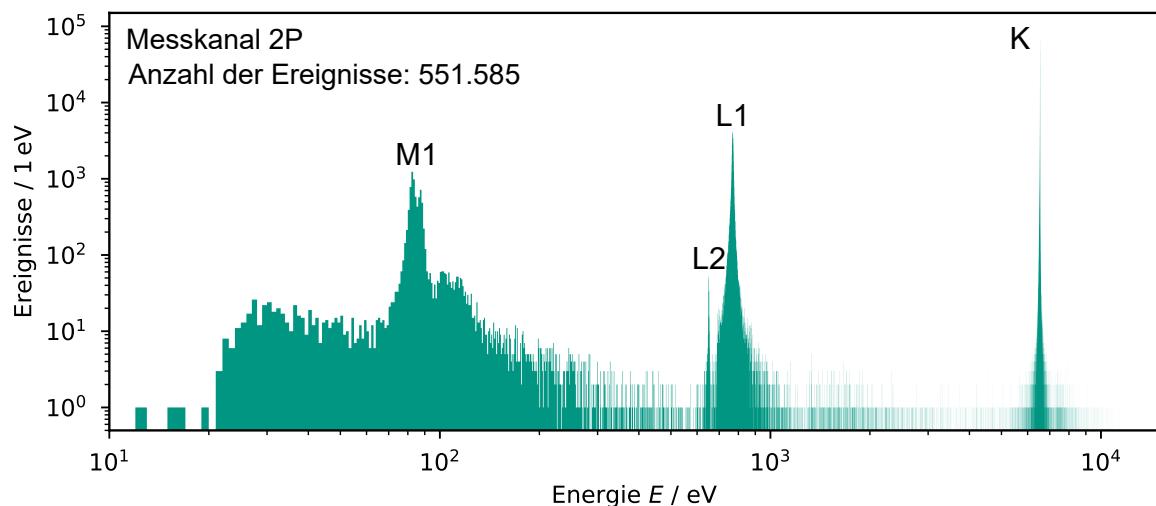


Abbildung 7.22: Gemessenes Elektroneneinfang-Spektrum von Messkanal 2P. Die Spektrallinien sind jeweils mit dem Namen der Schale beschriftet, aus der der Elektroneneinfang beim Zerfall des ^{55}Fe stattfand. Bei der Erzeugung des Spektrums wurden nur Detektorsignale mit einem reduzierten χ^2 -Wert von $\chi^2_{\text{red}} < 10$ berücksichtigt.

wäre daher eine andere Strategie bei der Datenauswertung erforderlich. In der hier beschriebenen Messung wurde der Trigger des Analog-Digital-Wandlers mit einem umgerechneten Energieschwellwert von 27 eV konfiguriert.

Das gemessene Elektroneneinfang-Spektrum weist die drei erwarteten und bereits in Abschnitt 7.4.3 erwähnten Linien auf, die den Einfängen aus den M1-, L1- und K-Schalen beim Zerfall des ^{55}Fe entsprechen. In Abbildung 7.23 sind vergrößerte Teilspektren dieser Spektrallinien dargestellt. Hier wurde die Grenze des zugelassenen reduzierten χ^2 -Werts χ^2_{red} für jede Linie individuell gewählt. Es ist zu erkennen, dass die Linien keine ausgeprägte niederenergetische Schulter besitzen, wie es in einigen vorange-

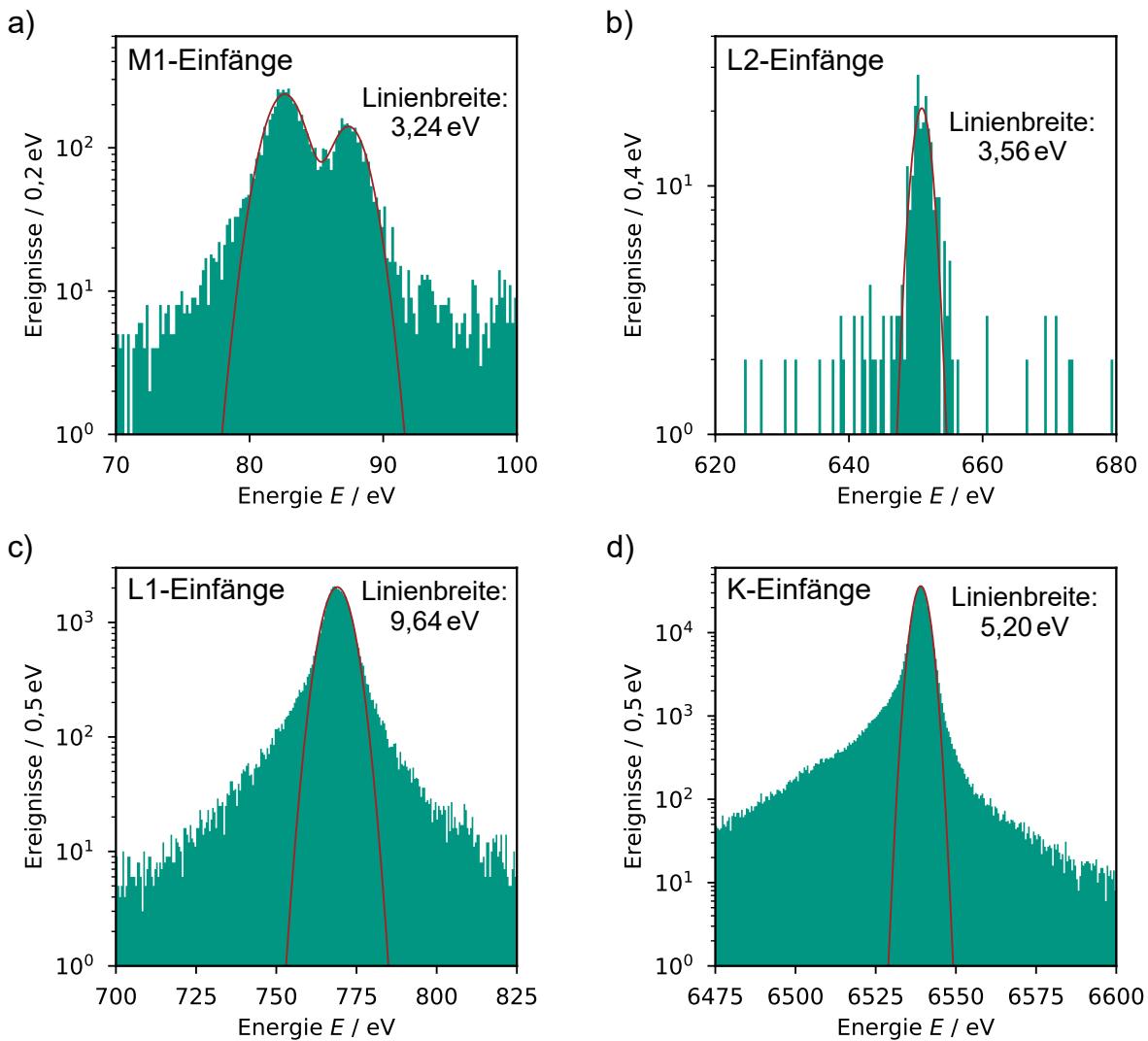


Abbildung 7.23: Vergrößerung der a) M1-, b) L2-, c) L1- und d) K-Linie des gemessenen Elektroneneinfang-Spektrums von Messkanal 2P. In roter Farbe sind die Anpassungen von Gaußkurven an die Verteilungen dargestellt, aus denen sich die angegebenen Linienbreiten als volle Breite bei halber Höhe ergeben.

gangenen Messungen des Elektroneneinfang-Spektrums von ^{55}Fe mithilfe magnetischer Mikrokalorimeter beobachtet wurde [Loi04, Loi08, Loi18b]. Für diese Messungen wurden die ^{55}Fe -Quellen mittels Tröpfchendeposition oder Elektrodeposition in die Teilchenabsorber eingebracht. Bei diesen Methoden der Quellenpräparation können sich im Teilchenabsorber bildende Salzkristalle beziehungsweise Oxid/Hydroxid-Schichten einen Teil der beim Zerfall emittierten Energie über eine verhältnismäßig lange Zeit speichern. Diese gespeicherte Energie trägt nicht zum Detektorsignal bei, da sie erst nach dem eigentlichen Signal frei wird. Die entsprechenden Signale weisen dabei eine Amplitude auf, die um die gespeicherte Energie vermindert ist, und führen daher zu einer niederenergetischen Schulter der entsprechenden Spektrallinie. Aus dem hier vorliegenden Elektroneneinfang-Spektrum lässt sich folglich schließen, dass die mittels Ionen-Implantation präparierte Quelle im Gegensatz zu den oben genannten Präparationsverfahren keine signifikanten Verzerrungen des gemessenen Spektrums hervorruft. Dies wird auch durch einen in [Nie25] beschriebenen und im Rahmen des Projekts PrimA-LTD angestellten direkten Vergleich zweier Absorber bestätigt, die eine mittels Ionen-Implantation beziehungsweise eine mittels Tröpfchendeposition präparierte ^{55}Fe -Quelle enthielten.

In dem gemessenen Elektroneneinfang-Spektrum aus Abbildung 7.22 ist neben den drei oben genannten Spektrallinien eine weitere Spektrallinie bei einer Energie von etwa $E_{\text{L}2} = 651 \text{ eV}$ sichtbar. Diese wurde bisher nicht experimentell beobachtet, ist aber ihrer Energie nach zu urteilen dem theoretisch beschriebenen Elektroneneinfang aus der L2-Schale zuzuordnen [Bea67]. Ein vergrößertes Teilspektrum dieser Linie ist ebenfalls in Abbildung 7.23 dargestellt. Die Sichtbarkeit dieser Spektrallinie in dem vorliegenden Elektroneneinfang-Spektrum ist eine weitere Bestätigung dafür, dass die im Rahmen dieser Arbeit entwickelten Detektoren eine hervorragende intrinsische Energieauflösung besitzen (siehe auch Abschnitt 7.5.1) und die mittels Ionen-Implantation präparierte ^{55}Fe -Quelle eine sehr hohe Qualität besitzt. Andernfalls würde die Verbreiterung der L1-Linie zu der Verdeckung der L2-Linie führen, so wie es höchstwahrscheinlich in vorangegangenen Messungen der Fall gewesen ist. Neben den genannten Spektrallinien, die den Bindungsenergien der eingefangenen Elektronen entsprechen, weist das gemessene Spektrum mehrere Merkmale auf, die bei der hier gemachten einfachen Betrachtung des Elektroneneinfangprozesses nicht erwartet werden. So setzt sich die M1-Linie aus zwei Teillinien zusammen (siehe Abbildung 7.23a), wobei sich die niederenergetische Teillinie bei einer Energie von $E_{\text{M}1,\text{l}} = 82,6 \text{ eV}$ und die höherenergetische Teillinie bei einer Energie von $E_{\text{M}1,\text{r}} = 87,4 \text{ eV}$ befindet. Außerdem ist eine Ereignishäufung bei Energien knapp oberhalb von $E = 100 \text{ eV}$ erkennbar. Bei Energien unterhalb der M1-Linie zeigt sich ein relativ starker Untergrund.

Wie anhand von Abbildung 7.23 zu erkennen ist, sind die Spektrallinien des gemessenen Spektrums nicht gaußförmig. Dies ist für ein Elektroneneinfang-Spektrum jedoch auch nicht zu erwarten. Es ist bekannt, dass das Spektrum von über Elektroneneinfang zerfallenden Radionukliden weitaus mehr Strukturen beinhalten kann als diese, die den Bindungsenergien der eingefangenen Elektronen entsprechen. Ein Beispiel hierfür ist das Radionuklid ^{163}Ho , welches aufgrund seiner Verwendung zur direkten Bestimmung der

Neutrinomasse intensiv theoretisch untersucht wird [Alp15, Gas17]. Unter Beachtung von Prozessen höherer Ordnung weist das berechnete Elektroneneinfang-Spektrum von ^{163}Ho eine deutlich höhere Komplexität auf [Fae15, Bra18]. Solche Effekte könnten ebenfalls beim Zerfall von ^{55}Fe auftreten und in dem hier vorgestellten Experiment aufgrund der hohen Energieauflösung des entwickelten magnetischen Mikrokalorimeters sichtbar geworden sein. Die genaue intrinsische Linienform des Elektroneneinfang-Spektrums von ^{55}Fe ist jedoch zum Zeitpunkt dieser Arbeit nicht bekannt. Die entsprechenden Theoriearbeiten zur Beschreibung der Linienform waren Gegenstand des PrimA-LTD Projekts und befinden sich weiterhin in der Entwicklung. Die Linienform, die experimentell gemessen wird, ergibt sich aus der intrinsischen Linienform des Elektroneneinfang-Spektrums, gefaltet mit der gaußförmigen Linienverbreiterung aufgrund der endlichen Energieauflösung des Detektors. Bei bekannter intrinsischer Linienform ist es somit möglich, die Energieauflösung ΔE_{FWHM} des Detektors zu bestimmen. Dieses Vorgehen war jedoch aufgrund der unbekannten intrinsischen Linienform im Rahmen dieser Arbeit nicht möglich. Um dennoch Richtwerte für die gemessenen Linienbreiten zu erhalten, wurden Gaußkurven an die gemessenen Spektrallinien angepasst.

In Abbildung 7.23 ist die Anpassung einer Gaußkurve an jede der vier Spektrallinien in roter Farbe dargestellt, aus der die volle Linienbreite bei halber Höhe bestimmt wurde. Im Falle der M1-Linie wurde die Summe zweier Gaußkurven verwendet, wobei sich der Mittelwert der ähnlich breiten Teillinien zu 3,24 eV ergibt. Die L2-Linie besitzt eine sehr ähnliche Breite von 3,56 eV. Eine große Abweichung von diesen Werten ergibt sich für die L1-Linie mit einer Breite von 9,64 eV. Außerdem ist hier deutlich erkennbar, dass die Linie eine niederenergetische als auch eine höherenergetische Flanke aufweist. Die K-Linie besitzt wiederum eine geringere Breite von 5,20 eV sowie eine ausgeprägtere niederenergetische Flanke. Es ist wahrscheinlich, dass die gemessenen Linienbreiten den intrinsischen Linienbreiten der ^{55}Fe -Quelle entsprechen und diese durch die deutlich geringere intrinsische Energieauflösung des Detektors (siehe Abschnitt 7.5.1) nur eine unwesentliche Verbreiterung erfahren.

Wie oben bereits beschrieben, weist das gemessene Energiespektrum mehrere unerwartete Merkmale auf. Um auszuschließen, dass es sich hierbei um Artefakte bei der Datenauswertung oder durch den Messaufbau verursachte Effekte handelt, wurden mehrere Untersuchungen angestellt. Zunächst wurde das in Abbildung 7.24 dargestellte Spektrum betrachtet. Anstelle eines optimalen Filters wurde die Bestimmung der Pulshöhe hierbei unter Verwendung der in Abschnitt 3.4 beschriebenen Pulshöhenanpassung mit einem Musterpuls durchgeführt. Außerdem wurden die Pulshöhen nicht auf Temperaturfluktuationen korrigiert, keiner Energiekalibration unterzogen und es fand keine Selektion der Detektorsignale anhand eines χ^2_{red} -Kriteriums statt. Es ist zu erkennen, dass der Untergrund durch die Aufnahme von Pile-Up-Ereignissen in das Spektrum angewachsen ist. Dies trifft insbesondere auf die in Abbildung 7.24 blau markierten Bereiche um die K-Linie zu, die hauptsächlich aus der Überlagerung zweier Detektorsignale nach K-Einfang entstanden sind. Das Spektrum weist ansonsten die gleichen Merkmale wie das in Abbildung 7.22 dargestellte auf. Die Breite der M1-Linie hat sich durch das Ausbleiben einer Temperaturkorrektur im Gegensatz zur K-Linie (vergleiche

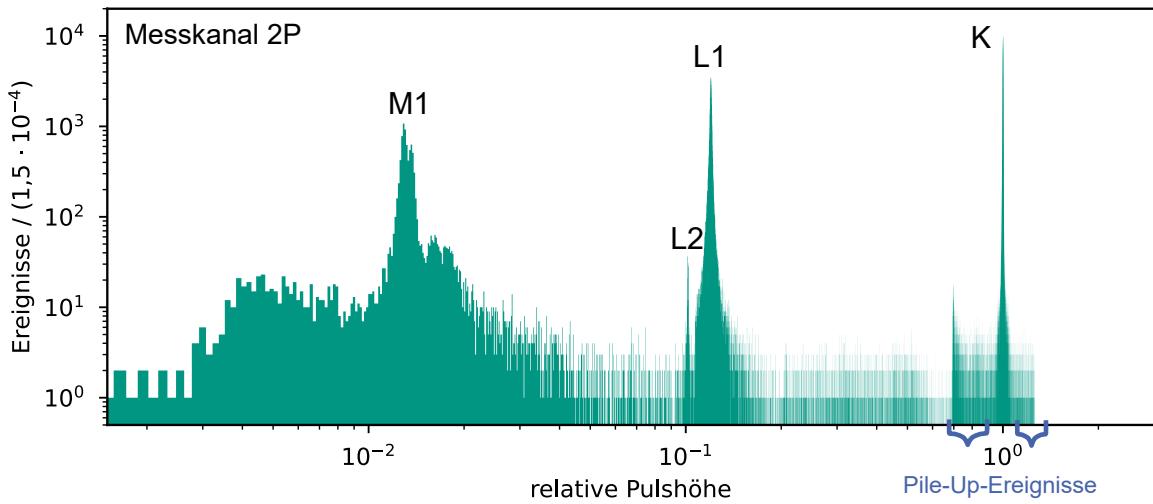


Abbildung 7.24: Gemessenes Spektrum von Messkanal 2P. Die relativen Pulshöhen wurden durch Pulshöhenanpassung mit einem Musterpuls bestimmt. Eine Temperaturkorrektur, eine Energiekalibration sowie die Selektion von Detektorsignalen anhand eines χ^2_{red} -Kriteriums wurden nicht durchgeführt.

Abbildung 7.20b) nur unwesentlich erhöht. Der Grund dafür ist, dass Schwankungen der Betriebstemperatur bei geringeren Energien einen weniger signifikanten Einfluss haben. Außerdem ist deutlich zu erkennen, dass die M1-Linie weiterhin aus zwei Teillinien besteht. Auch die Ereignishäufung knapp oberhalb und der Untergrund unterhalb der Energie der M1-Linie sind weiterhin sichtbar. Somit kann ausgeschlossen werden, dass die Merkmale des Spektrums durch die Datenauswertung induziert worden sind. Außerdem wurde geprüft, ob das Auftreten der Merkmale ein zeitlicher Effekt ist. Daher wurde das Spektrum in verschiedenen Zeitausschnitten der Gesamtmeßdauer betrachtet. Dabei stellten sich die Merkmale stets in gleicher Form dar. Auch die Teilung der M1-Linie ist in jedem Zeitausschnitt vorhanden und die relativen Intensitäten der beiden Teillinien bleiben identisch.

Eine weitere Ursache für die gemessene Teilung der M1-Linie könnte sein, dass sich die aus der Energiedeposition in der oberen und der unteren Hälfte des Teilchenabsorbers resultierenden Detektorsignale in ihrer Form unterscheiden. Dies wäre beispielsweise dann der Fall, wenn sich die thermischen Leitfähigkeiten der oberen und der unteren Absorberhälfte deutlich voneinander unterscheiden würden oder sich zwischen den Schichten eine schlecht leitfähige Grenzschicht befände. Die entsprechenden Detektorsignale würden durch den Algorithmus mit optimalem Filter unterschiedliche Pulshöhen zugewiesen bekommen, obwohl die im Detektor deponierte Energie in beiden Fällen identisch ist. Um dies zu prüfen, wurden Detektorsignale beider Teillinien miteinander verglichen. In Abbildung 7.25a) sind exemplarisch jeweils ein auf die Amplitude normiertes Detektorsignal der niederenergetischen Teillinie und der höherenergetischen Teillinie dargestellt. Abbildung 7.25b) zeigt die Differenz beider Signale sowie ein Histogramm der Amplitudenverteilung des resultierenden Differenzsignals. Da die Amplitudenver-

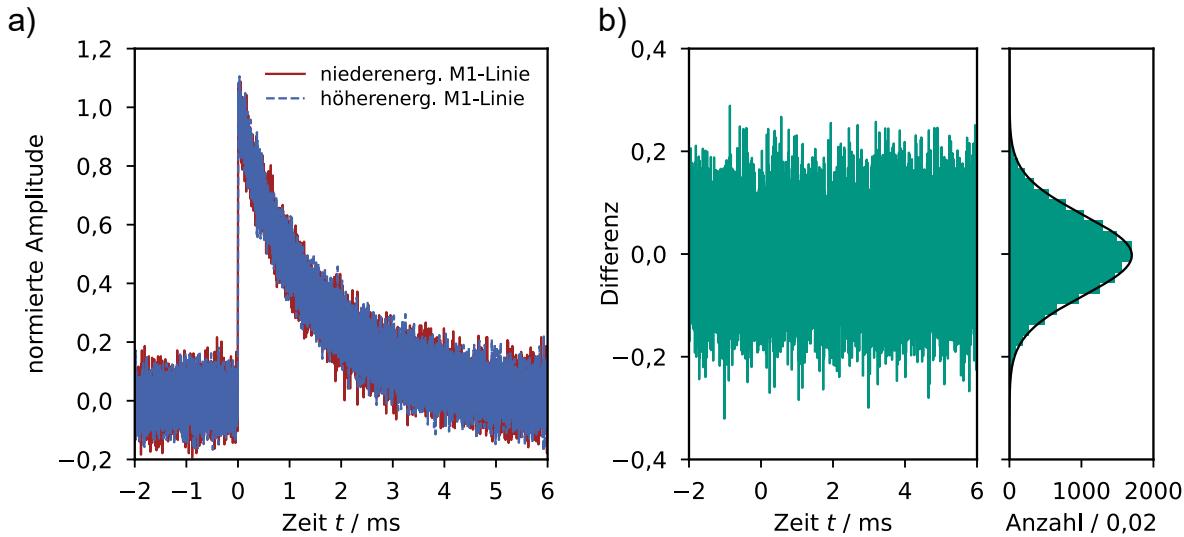


Abbildung 7.25: a) Auf die Pulshöhe normierte Detektorsignale aus der niederenergetischen Teillinie (rot) sowie der höherenergetischen Teillinie (blau) der M1-Linie von Messkanal 2P. b) Differenz der beiden Signale aus a) sowie Histogramm der Amplitudenverteilung des Differenzsignals. Aus der gaußförmigen Amplitudenverteilung lässt sich schließen, dass sich die beiden Detektorsignale nicht in ihrer Form unterscheiden.

teilung des Differenzsignals einer Gaußverteilung folgt, kann geschlussfolgert werden, dass sich die Form der Signale insbesondere hinsichtlich ihres Signalanstiegs nicht unterscheidet. Der oben beschriebene Effekt kann somit ausgeschlossen werden. Daraus lässt sich rückschließen, dass es sich bei der Teilung der M1-Linie höchstwahrscheinlich um einen physikalischen Effekt beim Zerfallsprozess handelt, der aufgrund der hohen intrinsischen Energieauflösung des Detektors erstmals sichtbar wird. Die Ursache für diesen Effekt und für die oben beschriebenen Merkmale des Spektrums sind bislang nicht geklärt und sind Gegenstand von gegenwärtigen und zukünftigen Theoriearbeiten zur Beschreibung der Form des Elektroneneinfang-Spektrums von ^{55}Fe .

7.5.4 Elektroneneinfang-Spektrum von ^{55}Fe mit hoher Statistik

Die Auswertung der Detektorsignale wurde für alle sechs Messkanäle identisch und unabhängig voneinander wie in den vorigen Abschnitten beschrieben durchgeführt. Da die zeitlichen Verläufe der Pulshöhe bei den Messkanälen 3P und 3N die in Abbildung 7.19 gezeigten Unstetigkeiten aufweisen, kann die mittels Spline-Interpolation durchgeführte Temperaturkorrektur an den Stellen der Unstetigkeiten zu einer systematischen Linienverbreiterung im Energieeinfang-Spektrum führen. Die Detektionsereignisse um diese Stellen wurden daher für die folgenden Betrachtungen verworfen. Die wie in Abbildung 7.23 bestimmten Breiten der M1-, L1- und L2-, und K-Linien sind für alle Kanäle in Tabelle 7.7 zusammengefasst. Während sich die Breite der M1-Linie für alle Messkanäle kaum unterscheidet, weist die der L2-Linie relativ hohe Schwankungen auf. Ein Grund dafür könnte die geringe Auftrittswahrscheinlichkeit eines L2-Elektroneneinfangs

Messkanal	gemessene Linienbreite / eV			
	M1	L2	L1	K
2P	3,24	3,56	9,64	5,20
2N	3,24	2,95	9,76	5,36
3P	3,26	3,55	10,31	4,66
3N	3,25	4,18	10,32	5,13
6P	3,30	3,00	9,62	6,21
6N	3,15	3,37	9,74	6,47

Tabelle 7.7: Gemessene Linienbreiten für alle Messkanäle. Die Linienbreiten wurden durch Anpassungen von Gaußkurven an die jeweiligen Linien bestimmt.

sein, die innerhalb der Messdauer zu einer relativ geringen Statistik führte. Im Falle der K-Linie ergaben sich für die Messkanäle 6P und 6N um etwa 20 % erhöhte Linienbreiten gegenüber den anderen Kanälen. Ein Grund dafür könnte eine nicht ideale Temperaturkorrektur bei diesen beiden Messkanälen sein, von der, wie oben erläutert, besonders die Breite der K-Linie betroffen ist. Für dieses Argument spricht, dass sich bei der Temperaturkorrektur dieser Kanäle relativ geringe optimale Fensterlängen des gleitenden Mittelwerts von $l = 5$ Datenpunkten beziehungsweise $l = 6$ Datenpunkten verglichen mit den Fensterlängen der anderen Kanäle zwischen $l = 9$ Datenpunkten und $l = 20$ Datenpunkten ergaben. Dies kann darauf hindeuten, dass die Temperaturfluktuationen auf schnellerer Zeitskala stattfanden. Der Unterschied der Temperaturfluktuationen im Vergleich zu den anderen Kanälen kann damit erklärt werden, dass sich die Messkanäle 6P und 6N auf einem anderen Finger des Messaufbaus (siehe Abbildung 3.6) befanden und sich somit ihre thermische Ankopplung an die Experimentierplattform des Kryostaten unterscheiden konnte. Wie in Abschnitt 7.5.1 beschrieben, weisen diese beiden Messkanäle im Vergleich zu den anderen Kanälen außerdem eine leichte Verbreiterung ihrer intrinsischen Energieverteilung auf, die durch die Summe zweier Gaußkurven beschrieben werden kann. Die breitere dieser Gaußkurven besitzt eine Breite von $\Delta E_{\text{FWHM}} = 2,30 \text{ eV}$ und ist somit deutlich geringer als die gemessene Breite der K-Linie aller Messkanäle. Es ist daher sehr wahrscheinlich, dass die Verbreiterung der K-Linien der Messkanäle 6P und 6N nicht durch die intrinsische Detektorauflösung zustande kam.

In Abbildung 7.26 sind die K-Linien jedes Messkanals dargestellt, die für den hier angestellten Vergleich auf ihr Maximum normiert wurden. Die Linienform ist für alle Messkanäle sehr ähnlich; so weisen sie alle eine ausgeprägte niedrigerenergetische Flanke und eine schwächer ausgebildete höherenergetische Flanke auf. Für die Messkanäle 6P und 6N ist die oben beschriebene Linienverbreiterung zu erkennen. Eine Auffälligkeit ist die leichte Erhöhung bei einer Energie von etwa 6574 eV, die im Falle der Messkanäle 3P und 3N zu erkennen ist, deren Ursprung jedoch ungeklärt ist. Diese Erhöhung ist bei keinem der anderen Messkanäle erkennbar und auch nach Summierung ihrer Energiespektren nicht sichtbar. Es könnte sich daher um ein Artefakt handeln, das aufgrund des oben beschriebenen regelmäßigen Zurücksetzens des SQUID-Arbeitspunktes an den Messkanälen 3P und 3N entstanden ist.

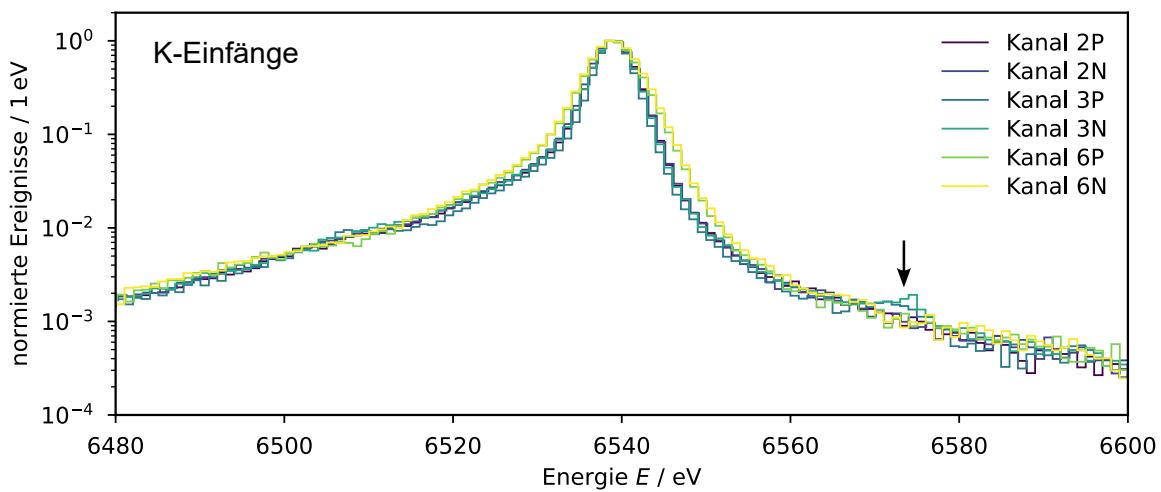


Abbildung 7.26: Vergleich der gemessenen Form der K-Linie aller Messkanäle. Die Verteilungen sind auf ihren Maximalwert normiert. Die Linienform ist für alle Kanäle sehr ähnlich. Auffällig ist die mit einem Pfeil markierte Erhöhung, die nur im Falle der Messkanäle 3P und 3N auftritt. Die Messkanäle 6P und 6N weisen die im Haupttext ausführlich erläuterte Linienverbreiterung auf.

Da alle Messkanäle sehr ähnliche Linienbreiten und -formen aufweisen, wurden alle Messkanäle für die Erstellung eines Summenspektrums mit hoher Statistik einbezogen. Abbildung 7.27 zeigt dieses in doppelt-logarithmischer Darstellung, wobei erneut nur Detektorsignale mit einem reduzierten χ^2 -Wert von $\chi^2_{\text{red}} < 10$ berücksichtigt wurden. Damit wurden insgesamt 9,4 % aller aufgezeichneten Detektorsignale verworfen, wobei der Großteil der verworfenen Signale von den Messkanälen 3P und 3N stammt. Der Grund hierfür ist eine höhere Anzahl an Pile-Up-Ereignissen im Vergleich zu den anderen Messkanälen aufgrund der höheren Aktivität dieser beiden Detektorpixel (siehe Tabelle 7.6) sowie das oben erläuterte regelmäßige Zurücksetzen des SQUID-Arbeitspunktes, das zu unerwünschten Signalformen führte. Die Gesamtstatistik des Summenspektrums beträgt etwa 3,5 Millionen Ereignisse. Es ist zu erkennen, dass das Summenspektrum die gleichen Merkmale aufweist, wie das im vorigen Abschnitt beschriebene Einzelkanal-Spektrum. Durch die deutlich höhere Statistik kommen jedoch einige dieser Merkmale klarer zum Vorschein. So ist in der Ereignishäufung bei Energien knapp oberhalb von 100 eV eine deutliche Struktur zu erkennen, die sich von dem scheinbar kontinuierlichen Untergrund bei Energien unterhalb von $E < 300$ eV abhebt. Dass diese Ereignishäufung eine klare Struktur besitzt, kann darauf hinweisen, dass es sich um einen physikalischen Effekt handelt, der entweder von außen auf den Messaufbau einwirkt oder Teil des Zerfallsprozesses der ^{55}Fe -Quelle ist. Neben dieser Ereignishäufung ist bei einer Energie von etwa 48 eV eine kleine Erhöhung zu erkennen, die den Elektroneneinfängen aus der M2- und M3-Schale entsprechen könnte. Die in der Literatur angegebenen Werte für die Bindungsenergie der Elektronen dieser Schalen von 47,2 eV [Fug80] und 48,6 eV [Bea67] stimmen sehr gut mit dem hier gemessenen Energiewert überein. Die erstmalige experimentelle Beobachtung dieser Elektronenein-

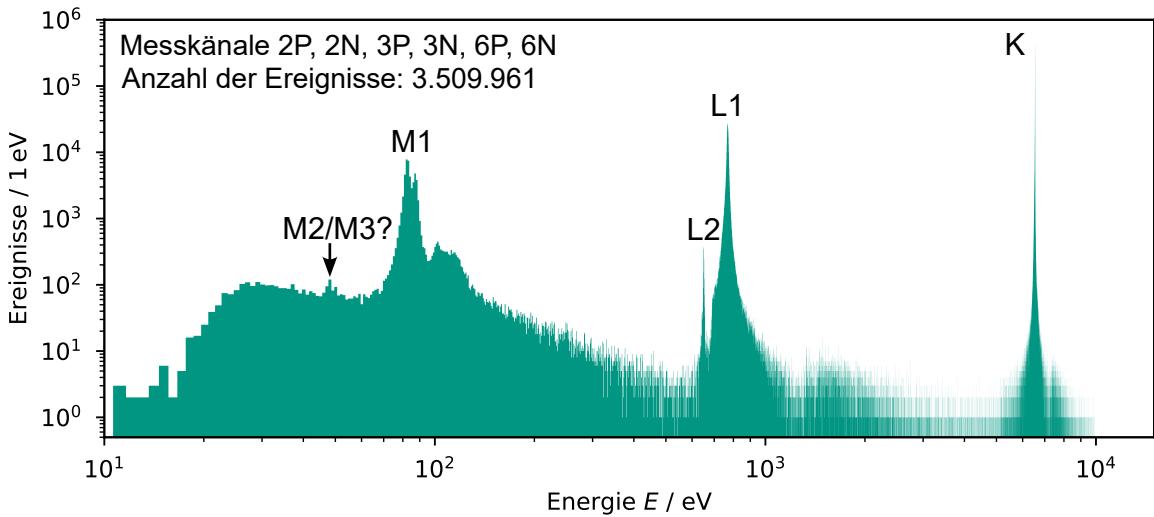


Abbildung 7.27: Summe der gemessenen Elektroneneinfang-Spektrien aller sechs Messkanäle. Die Spektrallinien sind jeweils mit dem Namen der Schale beschriftet, aus der der Elektroneneinfang beim Zerfall des ^{55}Fe stattfand. Bei der Erzeugung des Spektrums wurden nur Detektorsignale mit einem reduzierten χ^2 -Wert von $\chi^2_{\text{red}} < 10$ berücksichtigt.

fangprozesse wäre ein äußerst relevantes Ergebnis für die Radionuklidmetrologie. Durch zukünftige Messungen des Elektroneneinfang-Spektrums mit weiter erhöhter Statistik könnte bestätigt werden, dass es sich bei der beobachteten Erhöhung tatsächlich um Elektroneneinfänge aus diesen Schalen handelt.

In Abbildung 7.28 sind vergrößerte Teilspektren der M1-, L2-, L1- und K-Linien des Summenspektrums dargestellt. Wie auch in Abschnitt 7.5.3 wurden die angegebenen Linienbreiten anhand der eingezeichneten Anpassungen von Gaußkurven bestimmt. Die Linienbreiten und -formen des Summenspektrums unterscheiden sich unwesentlich zu denen des Einzelkanal-Spektrums aus Abbildung 7.23. Aufgrund der größeren Statistik ist an der L2-Linie eine schwach ausgeprägte niederenergetische Schulter sichtbar geworden. Außerdem weist die K-Linie eine leichte Erhöhung bei einer Energie von etwa 6574 eV auf, die, wie oben beschrieben, von den Einzelkanal-Spektren der Messkanäle 3P und 3N stammt.

Wie anhand der oben beschriebenen Ergebnisse deutlich wird, ermöglicht das im Rahmen dieser Arbeit und von PrimA-LTD entwickelte ^{55}Fe -Detektorarray die Messung des Elektroneneinfang-Spektrums von ^{55}Fe mit nie dagewesener Präzision. Die Präparation der ^{55}Fe -Quelle mittels Ionen-Implantation erhöht die Qualität des gemessenen Spektrums gegenüber anderen, konventionell in der Radionuklidmetrologie genutzten Präparationsverfahren signifikant. Die Kombination mit der hervorragenden intrinsischen Energieauflösung der Detektoren macht zuvor experimentell unbeobachtete Effekte sichtbar, die bislang nur theoretisch vorhergesagt werden konnten. Mit den hergestellten Detektoren werden gegenwärtig und zukünftig, in Fortsetzung an das PrimA-LTD Projekt, Messungen bei den Projektpartnern an der Physikalisch-Technischen Bundes-

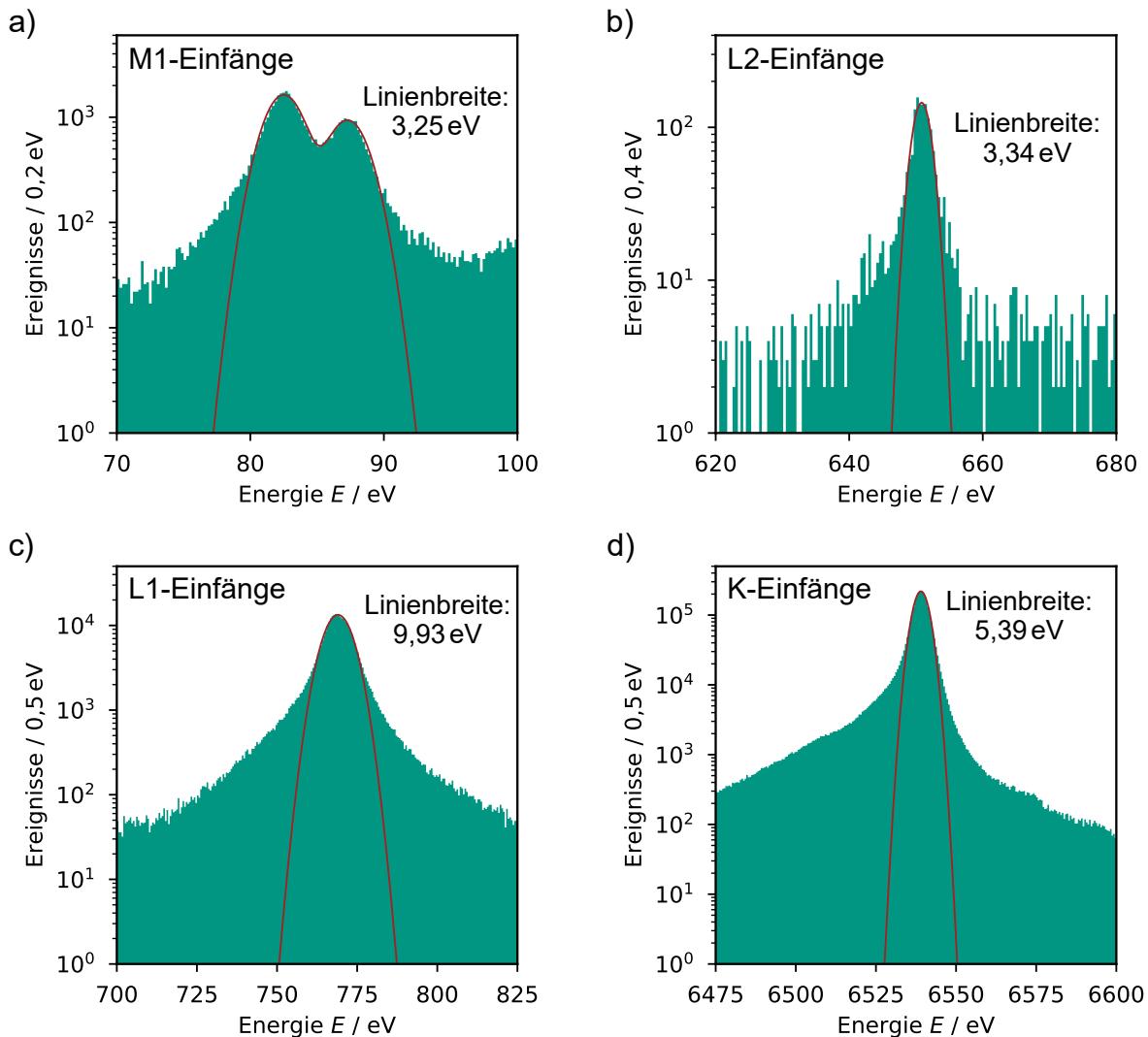


Abbildung 7.28: Vergrößerung der a) M1-, b) L2-, c) L1- und d) K-Linie des gemessenen Summenspektrums, das aus der Summe der gemessenen Elektroneneinfang-Spektren aller sechs Messkanäle berechnet wurde. In roter Farbe sind die Anpassungen von Gaußkurven an die Verteilungen dargestellt, aus denen sich die angegebenen Linienbreiten als volle Breite bei halber Höhe ergeben.

anstalt (PTB) und am Commissariat à l'énergie atomique et aux énergies alternatives (CEA) für ein Hoch-Statistik-Spektrum durchgeführt, aus denen für das Verständnis des Elektroneneinfangprozesses von ^{55}Fe wertvolle und für die Radionuklidmetrologie äußerst relevante Daten extrahiert werden könnten.

8 Zusammenfassung und Ausblick

Eine Vielzahl verschiedener Radionuklide werden heutzutage in vielfältigen Anwendungsbereichen der Medizin, der Industrie und der Wissenschaft verwendet. Der Erfolg des Großteils dieser Anwendungen basiert auf dem genauen Wissen über die Aktivität und die fundamentalen Zerfallsdaten der verwendeten Radionuklide. Die Kernaufgabe der Radionuklidmetrologie ist daher die Etablierung von standardisierten Verfahren für die Messung von Radioaktivität, die die Rückführbarkeit der gemessenen Zerfalls-eigenschaften auf die SI-Einheiten erlauben. Insbesondere dienen sogenannte primäre Aktivitätsstandards für die Kalibration von Messinstrumenten in den jeweiligen Einsatzbereichen sowie für die Realisierung der Einheit Becquerel. Diese Aktivitätsstandards werden mit Messverfahren bestimmt, die eine äußerst geringe und klar definierte Messunsicherheit besitzen. In den vergangenen Jahren wurde jedoch festgestellt, dass durch die Messungenauigkeiten konventionell eingesetzter Messverfahren die genannten Anwendungen zunehmend eingeschränkt werden. Die Gründe dafür sind insbesondere die hohe Energieschwelle dieser Messverfahren für die Detektion eines Zerfallsereignisses sowie Detektionseffizienzen, die, abhängig von dem gemessenen Radionuklid und dessen Zerfallsschema, deutlich unter 100 % liegen können.

Das Ziel des vom Europäischen Metrologieprogramm für Innovation und Forschung (EMPIR) geförderten Projekts *PrimA-LTD – Towards new primary activity standardisation methods based on low-temperature detectors* war in diesem Kontext die Etablierung eines neuartigen primären Messverfahrens zur Aktivitätsstandardisierung, das auf der Verwendung von magnetischen Mikrokalorimetern basiert. Wird das zu messende Radionuklid in einer 4π -Detektionsgeometrie in den Teilchenabsorber des magnetischen Mikrokalorimeters integriert, so kann eine vom Radionuklid und den Zerfalls-eigenschaften unabhängige Detektionseffizienz von praktisch 100 % erreicht werden. In Verbindung mit der äußerst geringen Energieschwelle, die aus der exzellenten Energieauflösung magnetischer Mikrokalorimeter resultiert, kann eine signifikante Verringerung der Unsicherheit so gemessener Aktivitätsstandards gegenüber konventionellen Messverfahren erreicht werden. Zudem erlaubt die Verwendung magnetischer Mikrokalorimeter die präzise Bestimmung fundamentaler Zerfallsdaten, wie etwa Elektroneneinfang-Wahrscheinlichkeiten und Röntgenemissionsintensitäten. Die Hauptziele des Projekts waren zum einen die Demonstration der primären Aktivitätsstandardisierung verschiedener Radionuklide unter der Verwendung magnetischer Mikrokalorimeter und die Validierung durch den Vergleich zu konventionellen Messverfahren. Zum anderen sollte durch die hochpräzise Messung des Elektroneneinfang-Spektrums von ^{55}Fe gezeigt werden, dass das hohe Auflösungsvermögen magnetischer Mikrokalorimeter eine signifikante Verbesserung verfügbarer fundamentaler Zerfallsdaten erlaubt.

Die für die Umsetzung der genannten Projektziele benötigten magnetischen Mikrokalorimeter wurden im Rahmen dieser Arbeit entwickelt, hergestellt, charakterisiert und den Projektpartnern für Experimente zur Verfügung gestellt. Der erste Detektortyp wurde speziell für die primäre Aktivitätsstandardisierung von Radionukliden entwickelt, die in einer 4π -Detektionsgeometrie in separat von der Detektorherstellung präparierte Teilchenabsorber integriert sind. Dies umfasste zwei Detektoren unterschiedlicher Größe, die je nach Zerfallsenergie des gemessenen Radionuklids ausgewählt werden können. Im Gegensatz zu vorangegangenen Arbeiten, in denen die Absorber mit integrierter Quelle über eine permanente Klebeverbindung thermisch an den Temperatursensor des Detektors angekoppelt wurden, erlauben die hier entwickelten Detektoren ihre Wiederverwendung in einer Vielzahl von Experimenten. Dies wird erreicht, indem die thermische Ankopplung des Absorbers an den Temperatursensor über einige wieder entfernbare Golddrähte realisiert wird. Die dadurch gewonnene Flexibilität, wie sie für regelmäßige Aktivitätsmessungen in der Radionuklidmetrologie benötigt wird, ermöglicht eine signifikante Kosten- und Ressourceneinsparung gegenüber der einmaligen Verwendung eines Detektors für ein einzelnes Experiment. Mit einer in dieser Arbeit durchgeföhrten Messung konnte die Funktionalität der hergestellten Detektoren in dem erläuterten wiederverwendbaren Betriebsmodus validiert werden. Dabei wurde mit der verwendeten Golddrahtkonfiguration zwischen Absorber und Temperatursensor eine Signalanstiegszeit im Bereich von $100\text{ }\mu\text{s}$ beobachtet, durch die ein deutlich verschlechtertes Auflösungsvermögen gegenüber der Ankopplung mit einer Klebeverbindung erwartet wird. Um abschätzen zu können, ob der wiederverwendbare Betriebsmodus eine für die Aktivitätsstandardisierung hinreichende Detektorperformanz erlaubt und welche Drahtkonfiguration dabei notwendig ist, wurde im Rahmen dieser Arbeit eine Simulationsmethode entwickelt, mit der Signalform, Rauschen und Energieauflösung eines derartigen Detektors unter Einbeziehung des Wärmeleitwerts und der Wärmekapazität der Golddrähte simuliert werden können. Diese Simulationsmethode wurde zunächst durch die Gegenüberstellung mit wohlbekannten und analytisch beschreibbaren Detektoren validiert. Durch den Vergleich der simulierten Signalformen mit der durchgeföhrten Messung wurde zudem verifiziert, dass die entwickelte Methode für die Simulation wiederverwendbarer Detektoren geeignet ist. Somit konnte die Simulationsmethode dazu genutzt werden, das Auflösungsvermögen wiederverwendbarer Detektoren für verschiedene Golddrahtkonfigurationen zwischen Absorber und Temperatursensor zu untersuchen. Hierbei stellte sich eine starke Abhängigkeit der Energieauflösung von der Länge sowie der verwendeten Anzahl paralleler Golddrähte heraus. Obwohl sich die Signalanstiegszeit durch den höheren Wärmeleitwert einer größeren Anzahl paralleler Golddrähte verkürzt, zeigt sich, dass ihre Wärmekapazität einen signifikanten Anteil an der Gesamtwärmekapazität eines Detektors ausmachen kann. Dies führt, je nach Detektorgröße, zu einer optimalen Anzahl von Golddrähten, die die Energieauflösung des Detektors minimiert. Der Vorteil der Wiederverwendbarkeit des Detektors kann dabei mit einer Verschlechterung der Energieauflösung von einigen 10 % im Vergleich zu einem Detektor mit starker thermischer Kopplung zwischen Absorber und Temperatursensor einhergehen. Die optimale Golddrahtkonfiguration und die erreichbare Energieauflösung hängt dabei von dem komplexen Zusammenspiel aller Detektorkomponenten

sowie den Betriebsparametern des Detektors ab. Die hier entwickelte Simulationsmethode ermöglicht für jeden Anwendungsfall zu entscheiden, ob die Verschlechterung des Auflösungsvermögens durch die erhöhte Flexibilität des Messaufbaus aufgewogen wird und der Detektor im wiederverwendbaren Betriebsmodus eine für die Aktivitätsstandardisierung ausreichende Performanz bietet. Zudem kann die Simulationsmethode dazu genutzt werden, in der zukünftigen Entwicklung wiederverwendbarer magnetischer Mikrokalorimeter die Konfiguration der Golddrähte und ihre thermodynamischen Eigenschaften als freie Parameter in die Optimierungsrechnungen einfließen zu lassen.

Der zweite in dieser Arbeit entwickelte Detektortyp ist ein Detektorarray für die hochauflösende Messung des Elektroneneinfang-Spektrums von ^{55}Fe mit hoher Statistik von mindestens 10^8 Detektionsereignissen. Mit der Ionen-Implantation der ^{55}Fe -Quelle in die mikrofertigisierten, freistehenden Teilchenabsorber der einzelnen Detektoren in einer 4π -Detektionsgeometrie wurde hierbei erstmalig in der Radionuklidmetrologie eine Methode der Quellenpräparation eingesetzt, von der gegenüber anderen Methoden keine systematischen Verzerrungen des gemessenen Spektrums erwartet werden. Diese Erwartung konnte letztlich experimentell bestätigt werden. Der benötigte Prozess für die Mikrofertigung derartiger Teilchenabsorber wurde im Rahmen dieser Arbeit entwickelt. Hierbei wurde das gesamte Absorbervolumen rund um die ^{55}Fe -Quelle erstmals vollständig durch die galvanische Abscheidung von Gold in einem eigens dafür entworfenen und hergestellten Galvanikaufbau deponiert. Messungen zeigten, dass die galvanisch abgeschiedenen Goldschichten mit den optimierten Fotolithografie- und Galvanikprozessen eine exzellente Schichtdickenhomogenität und ein herausragendes Restwiderstandsverhältnis RRR von über 44 erzielen. Dies ermöglicht einerseits eine homogene, hohe Detektionseffizienz auf der gesamten Absorberfläche. Andererseits erlaubt der entwickelte Prozess im Gegensatz zu dem in früheren Arbeiten verwendeten Sputterverfahren zur Golddeposition eine signifikant erhöhte thermische Leitfähigkeit des Absorbers. Dadurch können Positionsabhängigkeiten der Signalform effektiv unterdrückt werden. Einige der so mikrofertigisierten Detektoren mit Ionen-implantiertem ^{55}Fe -Quelle wurden im Rahmen dieser Arbeit hinsichtlich der Magnetisierung ihres paramagnetischen Temperatursensors sowie der Höhe und Form der Detektorsignale charakterisiert. Hier konnte eine nahezu perfekte Übereinstimmung zwischen den gemessenen und den aus der Theorie heraus erwarteten Werten festgestellt werden. Dies deutet insbesondere darauf hin, dass die integrierte ^{55}Fe -Quelle keinen negativen Einfluss auf die Detektoreigenschaften hat. Zudem stellte sich heraus, dass die Detektoren mit dem in dieser Arbeit entwickelten kryogenen Messaufbau eine sehr geringe Betriebstemperatur unter 10 mK erreichten. Damit konnte eine hervorragende intrinsische Detektorauflösung von $\Delta E_{\text{FWHM}} = 1,14\text{ eV}$ bei einer Energie von $E = 0\text{ eV}$ gemessen werden. Neben der Detektorcharakterisierung wurde auch das Elektroneneinfang-Spektrum der in die Teilchenabsorber implantierten ^{55}Fe -Quelle gemessen. Hierbei stellte sich heraus, dass das hohe intrinsische Auflösungsvermögen der Detektoren zusammen mit der exzellenten Qualität der Ionen-implantierten ^{55}Fe -Quelle eine Messung des Elektroneneinfang-Spektrums mit nie dagewesener Präzision ermöglicht. Neben den Elektroneneinfängen aus den K-, L1- und M1-Schalen konnten so, nach vorhandenem Kenntnisstand, erst-

malig experimentell auch die Elektroneneinfänge aus der L2-Schale beobachtet werden, die eindeutig als Spektrallinie zu identifizieren sind. Durch die Summierung der Einzelspektren aller gemessenen Detektorkanäle und der damit erreichten hohen Statistik von etwa 3,5 Millionen Ereignissen wurde zudem eine nach aktueller Kenntnis ebenfalls zuvor experimentell unbeobachtete Spektrallinie sichtbar, die den Elektroneneinfängen aus den M2- und M3-Schalen entsprechen könnte. Darüber hinaus weist das gemessene Spektrum einige weitere Merkmale auf, die für gegenwärtige und zukünftige theoretische Modelle zum grundlegenden physikalischen Verständnis des radioaktiven Zerfalls über Elektroneneinfang wertvoll sein könnten.

Zusammenfassend stellt diese Arbeit einen wichtigen Beitrag zur Realisierung neuer Verfahren für die hochpräzise Messung von Radioaktivität im Rahmen der Radionuklidmetrologie dar. Durch die Entwicklung und Charakterisierung speziell ausgelegter magnetischer Mikrokalorimeter konnte ihr großes Potential für die Aktivitätsstandardisierung und die Bestimmung fundamentaler Zerfallsdaten demonstriert werden. Die hier entwickelten Detektoren sowie die zugehörigen Fabrikations- und Simulationsmethoden können in gegenwärtigen und zukünftigen Messungen dazu genutzt werden, die Anwendbarkeit von Radionukliden in bestehenden Einsatzfeldern zu verbessern, gänzlich neue Anwendungsgebiete zu erschließen und ein tiefergehendes theoretisches Verständnis über die radioaktiven Zerfallsprozesse zu erhalten.

Abkürzungen und Symbole

Abkürzungen

ADC	Analog-to-digital converter
dc	Direct current
DMF	Dimethylformamid
DMSO	Dimethylsulfoxid
EMPIR	European Metrology Programme for Innovation and Research
FEMM	Finite Element Method Magnetics
FWHM	Full width at half maximum
ICP	Inductively Coupled Plasma
IMS	Institut für Mikro- und Nanoelektronische Systeme
PA	Polyamid
PEB	Post-Exposure-Bake
PEEK	Polyetheretherketon
PTB	Physikalisch-Technische Bundesanstalt
PTFE	Polytetrafluorethylen
PVC	Polyvinylchlorid
REM	Rasterelektronenmikroskop
RIE	Reactive-Ion Etching
rf	Radio frequency
RKKY	Ruderman-Kittel-Kasuya-Yosida
RoS	Reusable or Single-use
SQUID	Supraleitender Quanteninterferenzdetektor
TEF	Thermodynamische Energiefluktuationen

Lateinische Symbole

A	Amplitude oder Fläche
A_0	Offset
b	Breite
\vec{B}	Magnetische Flussdichte
c	Spezifische Wärmekapazität
C	Wärmekapazität
d	Schichtdicke
\dot{d}	Depositionsrate
E	Energie
E_0	Energieeintrag
f	Frequenz
f_s	Abtastrate
G	Wärmeleitwert
\vec{H}	Magnetische Feldstärke
i	Elektrische Stromstärke (Kleinsignal)
I	Elektrische Stromstärke
I_0	Felderzeugender Dauerstrom
I_C	Kritischer Strom
j	Elektrische Stromdichte
l	Länge oder Fensterlänge eines gleitenden Mittelwerts
L	Induktivität
M	Magnetisierung
M_{XY}	Gegeninduktivität zwischen X und Y
p	Mitte-zu-Mitte-Abstand
p_X	Gasdruck des Gases X
P	Leistung
P_{dc}	dc-Sputterleistung
P_{rf}	rf-Sputterleistung

R	Elektrischer Widerstand
RRR	Restwiderstandsverhältnis
S	Spektrale Leistungsdichte
SNR	Signal-zu-Rausch-Verhältnis
t	Zeit
T	Temperatur
T_0	Betriebstemperatur bzw. Temperatur des Wärmebads
T_C	Kritische Temperatur
u	Elektrische Spannung (Kleinsignal)
U	Elektrische Spannung
V	Volumen
w	Bahnbreite
x_{Er}	Erbium-Konzentration
Z	Ordnungszahl

Griechische Symbole

α	Wechselwirkungsparameter
δ	Kleinsignaländerung
Δ	Differenz
ΔE_{FWHM}	Energieauflösung
κ	Korringa-Konstante
μ_r	Permeabilitätszahl
ρ	Dichte oder spezifischer Widerstand
σ	Elektrische Leitfähigkeit oder Standardabweichung
τ_0	Signalanstiegszeit
τ_1	Signalabfallszeit
τ_{10-90}	Signalanstiegszeit von 10 % auf 90 % des Amplitudenwerts
τ_K	Korringa-Zeitkonstante
Φ	Magnetischer Fluss

Konstanten

F	Faraday-Konstante: 96 485 C/mol
k_B	Boltzmann-Konstante: $1,38 \cdot 10^{-23}$ J/K
L	Lorenz-Zahl: $2,45 \cdot 10^{-8}$ WΩ/K ²
N_A	Avogadro-Konstante: $6,02 \cdot 10^{23}$ 1/mol
μ_0	Magnetische Feldkonstante: $1,26 \cdot 10^{-6}$ N/A ²
μ_B	Bohr'sches Magneton: $9,27 \cdot 10^{-24}$ J/T
π	Kreiszahl
Φ_0	Magnetisches Flussquant: $2,07 \cdot 10^{-15}$ Wb

Chemische Formelzeichen

Al	Aluminium	O ₂	Sauerstoff
Ar	Argon	Pt	Platin
Au	Gold	SF ₆	Schwefelhexafluorid
Au:Er	Gold-Erbium	Si	Silizium
AuPd	Goldpalladium	SiO ₂	Siliziumdioxid
Ag	Silber	Ti	Titan
Ag:Er	Silber-Erbium		
Cd	Cadmium		
Co	Cobalt		
Cu	Kupfer		
CuNi	Kupfernickel		
Er	Erbium		
Fe	Eisen		
Ho	Holmium		
Mn	Mangan		
Nb	Niob		
Nb ₂ O ₅	Niob(V)-oxid		

Abbildungsverzeichnis

2.1	Schematischer Aufbau eines magnetischen Mikrokalorimeters und Darstellung eines typischen Temperaturverlaufs des Detektors nach Teilchenabsorption.	8
2.2	Schematischer Querschnitt eines magnetischen Mikrokalorimeters und Pfad eines athermischen Phonons.	11
2.3	Gemessene und numerisch berechnete thermodynamische Eigenschaften von Au:Er.	13
2.4	Schematische Darstellung eines mittels Dünnschichttechnologie mikrofabrizierten magnetischen Mikrokalorimeters.	14
2.5	Simulierte Magnetfeldverteilung im Querschnitt einer mäanderförmigen Detektionsspule.	16
2.6	Ersatzschaltbild des supraleitenden Flusstransformators zwischen den Detektionsspulen und der SQUID-Einkoppelspule.	18
2.7	Schematische Darstellung des thermodynamischen Modells eines magnetischen Mikrokalorimeters zur Herleitung der Signalform und der spektralen Leistungsdichte der thermodynamischen Energiefuktuationen.	21
2.8	Fouriertransformierte der Punktantwortfunktion, spektrale Dichte der thermodynamischen Energiefuktuationen und Frequenzgang des Signal-zu-Rausch-Verhältnisses eines magnetischen Mikrokalorimeters.	23
2.9	Berechnetes scheinbares magnetisches Flussrauschen im Sensor-SQUID der einzelnen Rauschbeiträge sowie des Gesamtrauschens eines magnetischen Mikrokalorimeters.	25
3.1	Elektrisches Ersatzschaltbild eines dc-SQUIDs.	30
3.2	Strom-Spannungs- sowie Fluss-Spannungs-Kennlinie eines dc-SQUIDs.	31
3.3	Ersatzschaltbild eines dc-SQUIDs mit Flussrückkopplung.	32
3.4	Ersatzschaltbild eines zweistufigen SQUID-Aufbaus.	33
3.5	Schematische Darstellung des in dieser Arbeit verwendeten kryogenen Messaufbaus sowie Fotografie der Mischkammer-Stufe des Kryostaten mit eingebautem Detektor- und Verstärker-SQUID-Modul.	35
3.6	Schema und Fotografien des in dieser Arbeit entwickelten Detektor-Moduls.	37
4.1	Schematischer Ablauf des in dieser Arbeit entwickelten Mikrofabrikationsprozesses für Teilchenabsorber aus Au mit integrierter radioaktiver Quelle.	43
4.2	Fotografie und Renderaufnahmen des in dieser Arbeit entwickelten Aufbaus für die galvanische Abscheidung von Au.	49

4.3	Gemessene Höhenprofile und Restwiderstandsverhältnisse galvanisch abgeschiedener Leiterbahnen aus Au.	52
4.4	Kolorierte REM-Aufnahme eines freistehenden Teilchenabsorbers aus Au, der aus zwei separat deponierten Absorberhälften besteht.	54
4.5	Kolorierte REM-Aufnahme eines Absorberarrays, bestehend aus 64 Absorbern mit einer Schichtdicke von jeweils etwa 3 µm.	55
5.1	Signalflussplan der Zustandsraumdarstellung.	58
5.2	Elektrisches Ersatzschaltbild eines magnetischen Mikrokalorimeters.	60
5.3	Anhand der Zustandsraumdarstellung simulierte Detektorantwort eines magnetischen Mikrokalorimeters.	63
5.4	Histogramm der durch optimales Filtern bestimmten Amplituden von $N = 10\,000$ simulierten Detektorsignalen, denen ein durch thermodynamische Energiefluktuationen hervorgerufener Rauschbeitrag überlagert wurde.	65
5.5	Mithilfe der in dieser Arbeit entwickelten Simulationsmethode bestimmte Energieauflösung des in Kapitel 7 beschriebenen ^{55}Fe -Detektorarrays.	66
5.6	Thermodynamisches Ersatzschaltbild eines Hydra-Detektorsystems mit vier Absorbern, die mit unterschiedlichen Wärmeleitwerten an den gemeinsamen Temperatursensor gekoppelt sind.	68
5.7	Anhand der Zustandsraumdarstellung simulierte Signalformen des MOCCA-Detektors.	68
6.1	Betriebsmodi der im Rahmen dieser Arbeit entwickelten RoS-Detektoren für die Messung mit einem externen Teilchenabsorber mit integrierter radioaktiver Quelle.	72
6.2	Technische Zeichnungen der RoS-Detektoren.	76
6.3	Mikroskopaufnahme eines RoS-M-Detektorchips, eines RoS-L-Detektorchips und des gesamten Wafers nach Abschluss der Mikrofabrikation.	80
6.4	Fotografien und schematischer Querschnitt des Messaufbaus für die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Messungen mit einem RoS-M- und einem RoS-L-Detektor.	82
6.5	Gemessener Temperaturverlauf des magnetischen Flusses im Sensor-SQUID eines RoS-M- und eines RoS-L-Detektors.	84
6.6	Gemittelte gemessene Detektorsignale eines RoS-M-Detektors.	86
6.7	Schematischer Aufbau eines RoS-Detektors und zugehöriges elektrisches Ersatzschaltbild.	87
6.8	Simulierte Detektorsignale eines RoS-M-Detektors.	90
6.9	Simulierte Detektorsignale eines RoS-M-Detektors mit angepassten Parametern.	91
6.10	Simulierte Detektorsignale sowie Signalanstiegszeit und Pulshöhe in Abhängigkeit der Bonddrahtanzahl zwischen dem externen Absorber und dem Detektorpixel.	93

6.11	Simulierte Energieauflösung eines RoS-M-Detektors im Reusable-Betriebsmodus in Abhängigkeit der Bonddrahtanzahl zwischen dem externen Absorber und dem Detektorpixel.	94
6.12	Simulierte Energieauflösung eines hypothetischen RoS-S-Detektors im Reusable-Betriebsmodus in Abhängigkeit der Länge und Anzahl der Bonddrähte zwischen dem externen Absorber und dem Detektorpixel.	95
7.1	Erwartete Energieauflösung eines Einzeldetektors des ^{55}Fe -Detektorarrays sowie zugehörige optimale Werte des felderzeugenden Dauerstroms in Abhängigkeit der Betriebstemperatur.	102
7.2	Technische Zeichnung des ^{55}Fe -Detektorarrays in verschiedenen Ansichten.	103
7.3	Mikroskop-Aufnahme eines Einzeldetektors der Charge Fe55-MMC-w4 nach Fabrikation der Sensorschicht.	110
7.4	Kolorierte REM-Aufnahme eines Einzeldetektors der Charge Fe55-MMC-w3, der bis zur einschließlich unteren Absorberhälfte fabriziert ist.	111
7.5	Mikroskop-Aufnahmen der drei Hauptschritte bei der Absorberfabrikation der Charge Fe55-MMC-w4.	112
7.6	Im Rahmen von PrimA-LTD hergestellter Messinghalter für den Einbau von Detektorchips in den Massenseparator RISIKO zur Ionen-Implantation von ^{55}Fe	113
7.7	Ersatzschaltbild eines einzelnen ^{55}Fe -Detektors bei einer Temperatur $T > T_{C,\text{Al}}$ für die Messung der Induktivität der Detektionsspulen sowie gemessenes Flussrauschen im Sensor-SQUID für eine Temperatur unterhalb und oberhalb der kritischen Temperatur $T_{C,\text{Al}}$ der Aluminium-Bonddrähte.	116
7.8	Gemessener Temperaturverlauf des magnetischen Fluxes im Sensor-SQUID gegenüber der inversen Temperatur der Experimentierplattform des Kryostaten für verschiedene felderzeugende Dauerströme.	119
7.9	Gemessene Einzeldetektorsignale nach radioaktivem Zerfall der in den Teilchenabsorber integrierten ^{55}Fe -Quelle mit Elektroneneinfang aus der K-, L1- und M1-Schale.	120
7.10	Gemittelte Detektorsignale nach K-Einfangen für verschiedene Temperaturen sowie zugehörige Pulshöhen und Vergleich zu theoretisch berechneter Vorhersage.	121
7.11	Mittlere gemessene Pulshöhen nach K-Einfangen gegenüber der Temperatur für verschiedene felderzeugende Dauerströme und Vergleich zu theoretisch berechneter Vorhersage.	122
7.12	Gemitteltes und auf die Amplitude normiertes Detektorsignal nach K-Einfang mit numerischer Anpassung der Signalform.	123
7.13	Halblogarithmische Darstellung des Zeitverlaufs von gemittelten Detektorsignalen nach K-Einfangen für verschiedene Temperaturen sowie aus einer jeweiligen Anpassung bestimmte Zeitkonstante des Signalabfalls.	125
7.14	Unter Verwendung der gemessenen Signalabfallszeit bestimmte Wärmeleitwerte zwischen Detektor und Wärmebad in Abhängigkeit der Temperatur.	126
7.15	Gemessene Amplitudenverteilungen der Ruhesignale zweier ^{55}Fe -Detektoren.	129

7.16 Zeitlicher Verlauf der Pulshöhe nach K-Einfang von Messkanal 2P als Funktion der Pulsnummer.	131
7.17 Ausschnitt des zeitlichen Verlaufs der Pulshöhe nach K-Einfang von Messkanal 2P und Messkanal 2N im gleichen Zeitintervall.	132
7.18 Zusammenhang zwischen den zeitgleich an Messkanal 2P und an Messkanal 2N bestimmten und unter Verwendung eines gleitenden Mittelwerts gemittelten Pulshöhen nach K-Einfängen.	133
7.19 Zeitlicher Verlauf der Pulshöhe nach K-Einfang von Messkanal 3P als Funktion der Pulsnummer.	134
7.20 Ausschnitt des zeitlichen Verlaufs der Pulshöhe nach K-Einfang von Messkanal 2P als Funktion der Pulsnummer sowie Histogramm der Pulshöhen nach K-Einfängen von Messkanal 2P vor und nach Anwendung der Temperaturkorrektur.	135
7.21 Mittlere gemessene Energie nach L1- und K-Einfängen gegenüber der im Detektor deponierten Energie sowie Nichtlinearität des Detektors.	136
7.22 Gemessenes Elektroneneinfang-Spektrum von Messkanal 2P.	137
7.23 Vergrößerung der verschiedenen Spektrallinien des gemessenen Elektroneneinfang-Spektrums von Messkanal 2P.	138
7.24 Gemessenes Elektroneneinfang-Spektrum von Messkanal 2P, das durch Pulshöhenanpassung mit einem Musterpuls erstellt wurde.	141
7.25 Vergleich zweier Detektorsignale aus der niederenergetischen und aus der höherenergetischen Teillinie der M1-Linie des Elektroneneinfang-Spektrums von Messkanal 2P.	142
7.26 Vergleich der gemessenen Form der K-Linie aller Messkanäle.	144
7.27 Summe der gemessenen Elektroneneinfang-Spektren aller sechs Messkanäle.	145
7.28 Vergrößerung der verschiedenen Spektrallinien des gemessenen Summenspektrums, das aus der Summe der gemessenen Elektroneneinfang-Spektren aller sechs Messkanäle berechnet wurde.	146

Tabellenverzeichnis

3.1	Prozessparameter für das Plasmaätzen von Nb in den beiden in dieser Arbeit eingesetzten Anlagen.	28
6.1	Auflistung der Eingangsparameter für die Optimierungsrechnungen der RoS-Detektoren.	74
6.2	Auflistung des berechneten optimalen Parametersatzes der RoS-Detektoren, der die jeweils zu erwartende Energieauflösung unter den gegebenen Randbedingungen minimiert.	75
6.3	Zusammenfassung der Schichtreihenfolge bei der Mikrofabrikation der in dieser Arbeit entwickelten RoS-Detektoren.	79
6.4	Auflistung der Messkanäle für die im Rahmen dieser Arbeit durchgeföhrte Messung mit den RoS-Detektoren.	83
7.1	Auflistung der Eingangsparameter für die Optimierungsrechnungen des ^{55}Fe -Detektorarrays.	101
7.2	Auflistung des berechneten optimalen Parametersatzes des ^{55}Fe -Detektorarrays, der die zu erwartende Energieauflösung unter den gegebenen Randbedingungen minimiert.	101
7.3	Zusammenfassung der Schichtreihenfolge bei der Mikrofabrikation des in dieser Arbeit entwickelten ^{55}Fe -Detektorarrays mit in die Teilchenabsorber implantierter ^{55}Fe -Quelle.	106
7.4	Verwendete Detektoren und Auslese-SQUIDs für die in diesem Kapitel beschriebenen Messungen.	114
7.5	Durch numerische Anpassung der Signalform bestimmte Signalanstiegszeit und Signalabfallszeiten von gemittelten und normierten Detektorpulsen nach K-, L1- und M1-Einfängen.	125
7.6	Übersicht über die in der Gesamtmeßdauer von etwa 90 h aufgezeichnete Anzahl an Detektionsereignissen je Messkanal sowie die daraus berechnete Aktivität der in die jeweiligen Teilchenabsorber integrierten ^{55}Fe -Quelle. .	128
7.7	Gemessene Linienbreiten für alle Messkanäle.	143

Literaturverzeichnis

- [Abr12] A. Abragam und B. Bleaney. *Electron paramagnetic resonance of transition ions*. OUP Oxford, 2012.
- [Ale19] V. Alenkov, H. W. Bae, J. Beyer *et al.* First results from the AMoRE-Pilot neutrinoless double beta decay experiment. *The European Physical Journal C*, **79**(9):791, 2019. doi:10.1140/epjc/s10052-019-7279-1.
- [Alp15] B. Alpert, M. Balata, D. Bennett *et al.* HOLMES. *The European Physical Journal C*, **75**(3):112, 2015. doi:10.1140/epjc/s10052-015-3329-5.
- [Ara66] S. Arajs und G. Dunmyre. A search for low-temperature anomalies in the electrical resistivity of dilute gold-erbium alloys. *Journal of the Less Common Metals*, **10**(3):220–224, 1966. doi:10.1016/0022-5088(66)90113-5.
- [Ban93] S. R. Bandler, C. Enss, R. E. Lanou *et al.* Metallic magnetic bolometers for particle detection. *Journal of Low Temperature Physics*, **93**(3):709–714, 1993. doi:10.1007/BF00693500.
- [Bas24] S. D. Bass und M. Doser. Quantum sensing for particle physics. *Nature Reviews Physics*, **6**(5):329–339, 2024. doi:10.1038/s42254-024-00714-3.
- [Bea67] J. A. Bearden und A. F. Burr. Reevaluation of X-Ray Atomic Energy Levels. *Rev. Mod. Phys.*, **39**:125–142, 1967. doi:10.1103/RevModPhys.39.125.
- [Ber10] M. J. Berger, J. H. Hubbell, S. M. Seltzer *et al.* XCOM: photon cross section database (version 1.5), 2010. doi:10.18434/T48G6X.
- [Boc20] L. Bockhorn, M. Paulsen, J. Beyer *et al.* Improved Source/Absorber Preparation for Radionuclide Spectrometry Based on Low-Temperature Calorimetric Detectors. *Journal of Low Temperature Physics*, **199**(1):298–305, 2020. doi:10.1007/s10909-019-02274-8.
- [Bra18] M. Braß, C. Enss, L. Gastaldo *et al.* Ab initio calculation of the calorimetric electron-capture spectrum of ^{163}Ho : Intra-atomic decay into bound states. *Phys. Rev. C*, **97**:054620, 2018. doi:10.1103/PhysRevC.97.054620.
- [Bro07] R. Broda, P. Cassette und K. Kossert. Radionuclide metrology using liquid scintillation counting. *Metrologia*, **44**(4):S36, 2007. doi:10.1088/0026-1394/44/4/S06.
- [Bro08] A.-D. Brown, S. R. Bandler, R. Brekosky *et al.* Absorber Materials for Transition-Edge Sensor X-ray Microcalorimeters. *Journal of Low Temperature Physics*, **151**(1):413–417, 2008. doi:10.1007/s10909-007-9669-2.

- [Bur04] A. Burck. *Entwicklung großflächiger magnetischer Kalorimeter zur energieaufgelösten Detektion von Röntgenquanten und hochenergetischen Teilchen*. Diplomarbeit, Universität Heidelberg, 2004.
- [Bü88] M. Bühler und E. Umlauf. A Magnetic Bolometer for Single-Particle Detection. *Europhysics Letters*, **5**(4):297, 1988. doi:10.1209/0295-5075/5/4/003.
- [Bü93] M. Bühler, T. Fausch und E. Umlauf. Measurement of Spin-Lattice Relaxation Times at Millikelvin Temperatures. *Europhysics Letters*, **23**(7):529, 1993. doi:10.1209/0295-5075/23/7/011.
- [Cla04] J. Clarke und A. I. Braginski. *The SQUID Handbook: Vol. 1 Fundamentals and Technology of SQUIDs and SQUID Systems*. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, 2004. doi:10.1002/3527603646.
- [Cle11] J. R. Clem und K. K. Berggren. Geometry-dependent critical currents in superconducting nanocircuits. *Phys. Rev. B*, **84**:174510, 2011. doi:10.1103/PhysRevB.84.174510.
- [Dan05] T. Daniyarov. *Metallische magnetische Kalorimeter zum hochauflösenden Nachweis von Röntgenquanten und hochenergetischen Molekülen*. Dissertation, Universität Heidelberg, 2005.
- [dC16] P. A. L. da Cruz, C. J. da Silva, A. Iwahara *et al.* TDCR and CIEMAT/NIST Liquid Scintillation Methods applied to the Radionuclide Metrology. *Journal of Physics: Conference Series*, **733**(1):012099, 2016. doi:10.1088/1742-6596/733/1/012099.
- [Deb96] K. Debertin. The art of realizing the Becquerel. *Applied Radiation and Isotopes*, **47**(4):423–431, 1996. doi:10.1016/0969-8043(95)00309-6.
- [Dev22] A. M. Devasia, S. R. Bandler, K. Ryu *et al.* Large-Scale Magnetic Microcalorimeter Arrays for the Lynx X-Ray Microcalorimeter. *Journal of Low Temperature Physics*, **209**(3):337–345, 2022. doi:10.1007/s10909-022-02767-z.
- [Dru96] D. Drung. Advanced SQUID read-out electronics. In *SQUID Sensors: Fundamentals, Fabrication and Applications*, S. 63–116. Springer Netherlands, Dordrecht, 1996. doi:10.1007/978-94-011-5674-5_14.
- [Dru04] D. Drung und M. Mück. SQUID Electronics. In *The SQUID Handbook: Vol. 1 Fundamentals and Technology of SQUIDs and SQUID Systems*, Kap. 4, S. 127–170. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, 2004. doi:10.1002/3527603646.ch4.
- [Dru07] D. Drung, C. Abmann, J. Beyer *et al.* Highly Sensitive and Easy-to-Use SQUID Sensors. *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, **17**(2):699–704, 2007. doi:10.1109/TASC.2007.897403.

- [Dru11] D. Drung, J. Beyer, J.-H. Storm *et al.* Investigation of Low-Frequency Excess Flux Noise in DC SQUIDs at mK Temperatures. *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, **21**(3):340–344, 2011. doi:10.1109/TASC.2010.2084054.
- [Ens00] C. Enss, A. Fleischmann, K. Horst *et al.* Metallic Magnetic Calorimeters for Particle Detection. *Journal of Low Temperature Physics*, **121**(3):137–176, 2000. doi:10.1023/A:1004863823166.
- [Fae15] A. Faessler, C. Enss, L. Gastaldo *et al.* Determination of the neutrino mass by electron capture in ^{163}Ho and the role of the three-hole states in ^{163}Dy . *Phys. Rev. C*, **91**:064302, 2015. doi:10.1103/PhysRevC.91.064302.
- [FF08] E. Figueroa-Feliciano, T. Saab, P. M. Rivera-Ortiz *et al.* Studies of Thermal Diffusion in Planar Absorber Designs for the Micro-X Rocket. *Journal of Low Temperature Physics*, **151**(1):424–429, 2008. doi:10.1007/s10909-007-9667-4.
- [Fle98] A. Fleischmann. *Hochauflösendes magnetisches Kalorimeter zur Detektion von einzelnen Röntgenquanten*. Diplomarbeit, Universität Heidelberg, 1998.
- [Fle00] A. Fleischmann, J. Schönefeld, J. Sollner *et al.* Low Temperature Properties of Erbium In Gold. *Journal of Low Temperature Physics*, **118**(1):7–21, 2000. doi:10.1023/A:1004654401827.
- [Fle03] A. Fleischmann. *Magnetische Mikrokalorimeter: Hochauflösende Röntgenspektroskopie mit energiedispersiven Detektoren*. Dissertation, Universität Heidelberg, 2003.
- [Fle04] A. Fleischmann, M. Link, T. Daniyarov *et al.* Metallic magnetic calorimeters (MMC): detectors for high-resolution X-ray spectroscopy. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, **520**(1):27–31, 2004. doi:10.1016/j.nima.2003.11.212. Proceedings of the 10th International Workshop on Low Temperature Detectors.
- [Fle05] A. Fleischmann, C. Enss und G. Seidel. Metallic Magnetic Calorimeters. In C. Enss, Hg., *Cryogenic Particle Detection*, S. 151–216. Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2005. doi:10.1007/10933596_4.
- [Fle09] A. Fleischmann, L. Gastaldo, S. Kempf *et al.* Metallic magnetic calorimeters. *AIP Conference Proceedings*, **1185**(1):571–578, 2009. doi:10.1063/1.3292407.
- [Fli13] N. Fliege. *Systemtheorie*. Vieweg+Teubner Verlag, Wiesbaden, 2013. doi:10.1007/978-3-663-05933-2_8.
- [Fra76] S. Fraga, J. Karwowski und K. M. Saxena. *Handbook of atomic data*. Elsevier Scientific Publishing Company, New York, 1976.
- [Fri16] S. Friedrich, S. Boyd und R. Cantor. Fabrication of Gamma Detectors Based on Magnetic Ag:Er Microcalorimeters. *Techn. Ber.*, Lawrence

- Livermore National Lab. (LLNL), Livermore, CA (United States), 2016. doi:10.2172/1256452.
- [Fug80] J. C. Fuggle und N. Mårtensson. Core-level binding energies in metals. *Journal of Electron Spectroscopy and Related Phenomena*, **21**(3):275–281, 1980. doi:10.1016/0368-2048(80)85056-0.
- [Gal00] M. Galeazzi, D. McCammon und W. T. Sanders. Thermal calorimeters for high resolution X-ray spectroscopy. *AIP Conference Proceedings*, **506**(1):638–650, 2000. doi:10.1063/1.1302788.
- [Gam16] L. Gamer, D. Schulz, C. Enss *et al.* MOCCA: A 4k-Pixel Molecule Camera for the Position- and Energy-Resolving Detection of Neutral Molecule Fragments at CSR. *Journal of Low Temperature Physics*, **184**(3):839–844, 2016. doi:10.1007/s10909-015-1453-0.
- [Gam17] L. Gamer, C. E. Düllmann, C. Enss *et al.* Simulation and optimization of the implantation of holmium atoms into metallic magnetic microcalorimeters for neutrino mass determination experiments. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, **854**:139–148, 2017. doi:10.1016/j.nima.2017.02.056.
- [Gam19] L. Gamer. *Entwicklung und Charakterisierung des 4k-Pixel Detektorarrays MOCCA für die energie- und ortsaufgelöste Detektion neutraler Molekülfragmente*. Dissertation, Universität Heidelberg, 2019.
- [Gas17] L. Gastaldo, K. Blaum, K. Chrysalidis *et al.* The electron capture in ^{163}Ho experiment – ECHo. *The European Physical Journal Special Topics*, **226**(8):1623–1694, 2017. doi:10.1140/epjst/e2017-70071-y.
- [Gei20] J. Geist. *Bestimmung der Isomerenergie von ^{229}Th mit dem hochauflösenden Mikrokalorimeter-Array maXs30*. Dissertation, Universität Heidelberg, 2020.
- [Hah92] W. Hahn, M. Loewenhaupt und B. Frick. Crystal field excitations in dilute rare earth noble metal alloys. *Physica B: Condensed Matter*, **180-181**:176–178, 1992. doi:10.1016/0921-4526(92)90698-R.
- [Hen15] D. Hengstler, M. Keller, C. Schötz *et al.* Towards FAIR: first measurements of metallic magnetic calorimeters for high-resolution x-ray spectroscopy at GSI. *Physica Scripta*, **2015**(T166):014054, 2015. doi:10.1088/0031-8949/2015/T166/014054.
- [Hen17] D. Hengstler. *Development and characterization of two-dimensional metallic magnetic calorimeter arrays for the high-resolution X-ray spectroscopy*. Dissertation, Universität Heidelberg, 2017.
- [Her21] M. Herbst, A. Reifenberger, C. Velte *et al.* Specific Heat of Holmium in Gold and Silver at Low Temperatures. *Journal of Low Temperature Physics*, **202**(1):106–120, 2021. doi:10.1007/s10909-020-02531-1.

- [Her24] M. O. Herdrich, D. Hengstler, S. Allgeier *et al.* Application of a metallic-magnetic calorimeter for high-resolution x-ray spectroscopy of Fe at an EBIT. *Journal of Physics B: Atomic, Molecular and Optical Physics*, **57**(8):085001, 2024. doi:10.1088/1361-6455/ad34a2.
- [Hor07] R. Horansky, J. Ullom, J. Beall *et al.* Superconducting absorbers for use in ultra-high resolution gamma-ray spectrometers based on low temperature microcalorimeter arrays. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, **579**(1):169–172, 2007. doi:10.1016/j.nima.2007.04.032. Proceedings of the 11th Symposium on Radiation Measurements and Applications.
- [Ira13] I. G. Irastorza, E. Armengaud, F. T. Avignone *et al.* The International Axion Observatory IAXO. Letter of Intent to the CERN SPS committee. Techn. Ber., CERN, Geneva, 2013.
- [Irw05] K. Irwin und G. Hilton. Transition-Edge Sensors. In C. Enss, Hg., *Cryogenic Particle Detection*, S. 63–150. Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2005. doi:10.1007/10933596_3.
- [Jud22] S. M. Judge, R. M. Coulon, M. G. Cox *et al.* Traceability for nuclear medicine: the status of primary radioactivity standards. *Metrologia*, **60**(1):012001, 2022. doi:10.1088/1681-7575/aca67a.
- [Jö12] G. Jörg, Y. Amelin, K. Kossert *et al.* Precise and direct determination of the half-life of ^{41}Ca . *Geochimica et Cosmochimica Acta*, **88**:51–65, 2012. doi:10.1016/j.gca.2012.03.036.
- [Kau22] A. Kaur, M. Loidl und M. Rodrigues. Determination of Fractional Electron Capture Probabilities of ^{125}I Using Metallic Magnetic Calorimeters. *Journal of Low Temperature Physics*, **209**(5):864–871, 2022. doi:10.1007/s10909-022-02851-4.
- [Kem16] S. Kempf, A. Ferring und C. Enss. Towards noise engineering: Recent insights in low-frequency excess flux noise of superconducting quantum devices. *Applied Physics Letters*, **109**(16):162601, 2016. doi:10.1063/1.4965293.
- [Kem18] S. Kempf, A. Fleischmann, L. Gastaldo *et al.* Physics and Applications of Metallic Magnetic Calorimeters. *Journal of Low Temperature Physics*, **193**(3):365–379, 2018. doi:10.1007/s10909-018-1891-6.
- [Kie19] T. Kieck, H. Dorrer, C. E. Düllmann *et al.* Highly efficient isotope separation and ion implantation of ^{163}Ho for the ECHo project. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, **945**:162602, 2019. doi:10.1016/j.nima.2019.162602.

- [Kim23] H. Kim, Y.-H. Kim und K.-R. Woo. Cryogenic particle detection based on magnetic microcalorimeters for rare event searches. *The European Physical Journal Plus*, **138**(6):518, 2023. doi:10.1140/epjp/s13360-023-04068-0.
- [Kos15a] K. Kossert, R. Broda, P. Cassette *et al.* Uncertainty determination for activity measurements by means of the TDCR method and the CIEMAT/NIST efficiency tracing technique. *Metrologia*, **52**(3):S172, 2015. doi:10.1088/0026-1394/52/3/S172.
- [Kos15b] K. Kossert und X. Mougeot. The importance of the beta spectrum calculation for accurate activity determination of ^{63}Ni by means of liquid scintillation counting. *Applied Radiation and Isotopes*, **101**:40–43, 2015. doi:10.1016/j.apradiso.2015.03.017.
- [Kos22] K. Kossert, M. Loidl, X. Mougeot *et al.* High precision measurement of the ^{151}Sm beta decay by means of a metallic magnetic calorimeter. *Applied Radiation and Isotopes*, **185**:110237, 2022. doi:10.1016/j.apradiso.2022.110237.
- [Koz13] A. G. Kozorezov, C. J. Lambert, S. R. Bandler *et al.* Athermal energy loss from x-rays deposited in thin superconducting films on solid substrates. *Phys. Rev. B*, **87**:104504, 2013. doi:10.1103/PhysRevB.87.104504.
- [Kra20] M. Krantz. *Development of a metallic magnetic calorimeter with integrated SQUID readout*. Dissertation, Universität Heidelberg, 2020.
- [Kra24] M. Krantz, F. Toschi, B. Maier *et al.* Magnetic microcalorimeter with paramagnetic temperature sensors and integrated dc-SQUID readout for high-resolution x-ray emission spectroscopy. *Applied Physics Letters*, **124**(3):032601, 2024. doi:10.1063/5.0180903.
- [Leo15] F. P. Leon und H. Jäkel. *Signale und Systeme*. De Gruyter Oldenbourg, Berlin, München, Boston, 2015. doi:10.1515/9783110403862.
- [Loi04] M. Loidl, E. Leblanc, T. Branger *et al.* Feasibility study of absolute activity measurement with metallic magnetic microcalorimeters. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, **520**(1):73–75, 2004. doi:10.1016/j.nima.2003.11.224. Proceedings of the 10th International Workshop on Low Temperature Detectors.
- [Loi08] M. Loidl, E. Leblanc, M. Rodrigues *et al.* Validation study of a new technique for absolute activity measurement with 4π solid angle metallic magnetic calorimeters. *Applied Radiation and Isotopes*, **66**(6):872–876, 2008. doi:10.1016/j.apradiso.2008.02.027. Proceedings of the 16th International Conference on Radionuclide Metrology and its Applications.
- [Loi18a] M. Loidl, J. Beyer, L. Bockhorn *et al.* MetroBeta: Beta Spectrometry with Metallic Magnetic Calorimeters in the Framework of the European Pro-

- gram of Ionizing Radiation Metrology. *Journal of Low Temperature Physics*, **193**(5):1251–1256, 2018. doi:10.1007/s10909-018-1933-0.
- [Loi18b] M. Loidl, M. Rodrigues und R. Mariam. Measurement of the electron capture probabilities of ^{55}Fe with a metallic magnetic calorimeter. *Applied Radiation and Isotopes*, **134**:395–398, 2018. doi:10.1016/j.apradiso.2017.10.042. ICRM 2017 Proceedings of the 21st International Conference on Radionuclide Metrology and its Applications.
- [Loi20] M. Loidl, J. Beyer, L. Bockhorn *et al.* Precision Measurements of Beta Spectra using Metallic Magnetic Calorimeters within the European Metrology Research Project MetroBeta. *Journal of Low Temperature Physics*, **199**(1):451–460, 2020. doi:10.1007/s10909-020-02398-2.
- [Man21a] F. Mantegazzini. *Development and characterisation of high-resolution metallic magnetic calorimeter arrays for the ECHo neutrino mass experiment*. Dissertation, Universität Heidelberg, 2021.
- [Man21b] F. Mantegazzini, S. Allgeier, A. Barth *et al.* Multichannel read-out for arrays of metallic magnetic calorimeters. *Journal of Instrumentation*, **16**(08):P08003, 2021. doi:10.1088/1748-0221/16/08/P08003.
- [Man22] F. Mantegazzini, A. Barth, H. Dorrer *et al.* Metallic magnetic calorimeter arrays for the first phase of the ECHo experiment. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, **1030**:166406, 2022. doi:10.1016/j.nima.2022.166406.
- [McC93] D. McCammon, W. Cui, M. Juda *et al.* Thermal calorimeters for high resolution X-ray spectroscopy. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, **326**(1):157–165, 1993. doi:10.1016/0168-9002(93)90346-J.
- [McC05] D. McCammon. Thermal Equilibrium Calorimeters – An Introduction. In C. Enss, Hg., *Cryogenic Particle Detection*, S. 1–34. Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2005. doi:10.1007/10933596_1.
- [Mü24a] M. Müller, M. Rodrigues, J. Beyer *et al.* Magnetic Microcalorimeters for Primary Activity Standardization Within the EMPIR Project PrimA-LTD. *Journal of Low Temperature Physics*, **214**(3):263–271, 2024. doi:10.1007/s10909-024-03048-7.
- [Mü24b] M. Müller, R.-H. Zühlke und S. Kempf. Advanced fabrication process for particle absorbers of highly pure electroplated gold for microcalorimeter applications. *Journal of Applied Physics*, **136**(20):204504, 2024. doi:10.1063/5.0238524.
- [Nie25] T. Niemeyer, D. Mowitz, S. Berndt *et al.* Ion implantation of the electron-capture nuclide ^{55}Fe for measurements by means of metallic

- microcalorimeters. *Applied Radiation and Isotopes*, **218**:111693, 2025. doi:10.1016/j.apradiso.2025.111693.
- [Pau19] M. Paulsen, J. Beyer, L. Bockhorn *et al.* Development of a beta spectrometry setup using metallic magnetic calorimeters. *Journal of Instrumentation*, **14**(08):P08012, 2019. doi:10.1088/1748-0221/14/08/P08012.
- [Pau24] M. Paulsen, P. C.-O. Ranitzsch, M. Loidl *et al.* High precision measurement of the ^{99}Tc β spectrum. *Phys. Rev. C*, **110**:055503, 2024. doi:10.1103/PhysRevC.110.055503.
- [Pen19] *PENELOPE 2018: A code system for Monte Carlo simulation of electron and photon transport*. Nuclear Energy Agency, 2019. doi:10.1787/32da5043-en.
- [Pfä22] P. Pfäfflein, S. Allgeier, S. Bernitt *et al.* Integration of maXs-type microcalorimeter detectors for high-resolution x-ray spectroscopy into the experimental environment at the CRYRING@ESR electron cooler. *Physica Scripta*, **97**(11):114005, 2022. doi:10.1088/1402-4896/ac93be.
- [Pie08] C. Pies. *Entwicklung eines Detektor-Arrays basierend auf magnetischen Kalorimetern für die hochauflöste Röntgenspektroskopie an hochgeladenen Ionen*. Diplomarbeit, Universität Heidelberg, 2008.
- [Pie12] C. Pies. *maXs-200: Entwicklung und Charakterisierung eines Röntgendetektors basierend auf magnetischen Kalorimetern für die hochauflösende Spektroskopie hochgeladener Ionen*. Dissertation, Universität Heidelberg, 2012.
- [Pom07] S. Pommé. Methods for primary standardization of activity. *Metrologia*, **44**(4):S17, 2007. doi:10.1088/0026-1394/44/4/S03.
- [Pom22] S. Pommé. Radionuclide metrology: confidence in radioactivity measurements. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*, **331**(12):4771–4798, 2022. doi:10.1007/s10967-022-08494-9.
- [Por11] J.-P. Porst. *High-Resolution Metallic Magnetic Calorimeters for beta-Spectroscopy on 187-Rhenium and Position Resolved X-Ray Spectroscopy*. Dissertation, Universität Heidelberg, 2011.
- [Prê16] D. Prêle, M. Piat, L. Sipile *et al.* Operating Point and Flux Jumps of a SQUID in Flux-Locked Loop. *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, **26**(2):1–5, 2016. doi:10.1109/TASC.2015.2510606.
- [Qui97] T. J. Quinn. Primary methods of measurement and primary standards. *Metrologia*, **34**(1):61, 1997. doi:10.1088/0026-1394/34/1/9.
- [Ran14] P. C.-O. Ranitzsch. *Development and characterization of metallic magnetic calorimeters for the calorimetric measurement of the electron capture spectrum of ^{163}Ho for the purpose of neutrino mass determination*. Dissertation, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2014.

- [Ran20] P. C.-O. Ranitzsch, D. Arnold, J. Beyer *et al.* MetroMMC: Electron-Capture Spectrometry with Cryogenic Calorimeters for Science and Technology. *Journal of Low Temperature Physics*, **199**(1):441–450, 2020. doi:10.1007/s10909-019-02278-4.
- [Ric94] P. L. Richards. Bolometers for infrared and millimeter waves. *Journal of Applied Physics*, **76**(1):1–24, 1994. doi:10.1063/1.357128.
- [Rod23] M. Rodrigues, M. Loidl und S. Pierre. Determination of absolute Np L x-ray emission intensities from ^{241}Am decay using a metallic magnetic calorimeter. *Metrologia*, **60**(2):025005, 2023. doi:10.1088/1681-7575/acb99f.
- [Rot08] H. Rotzinger, J. Adams, S. R. Bandler *et al.* Performance of Micro-fabricated Magnetic Calorimeters Arrays for X-Ray Spectroscopy. *Journal of Low Temperature Physics*, **151**(1):351–356, 2008. doi:10.1007/s10909-007-9658-5.
- [Sch00] J. Schönefeld. *Entwicklung eines mikrostrukturierten magnetischen Tieftemperatur-Kalorimeters zum hochauflösenden Nachweis von einzelnen Röntgenquanten*. Dissertation, Universität Heidelberg, 2000.
- [Sch12] S. Schäfer. *Entwicklung einer Detektorzeile aus metallischen magnetischen Kalorimetern zur hochauflösenden Röntgenspektroskopie an hochgeladenen Ionen*. Dissertation, Universität Heidelberg, 2012.
- [Sch19] C. Schötz. *PolarmaXs: hochauflösendes, polarisationssensitives Röntgenspektrometer basierend auf magnetischen Mikrokalorimetern*. Dissertation, Universität Heidelberg, 2019.
- [Sch21] D. Schulz. *Development and characterization of MOCCA, a 4k-pixel molecule camera for the energy-resolved detection of neutral molecule fragments*. Dissertation, Universität Heidelberg, 2021.
- [Sik20] T. Sikorsky, J. Geist, D. Hengstler *et al.* Measurement of the ^{229}Th Isomer Energy with a Magnetic Microcalorimeter. *Phys. Rev. Lett.*, **125**:142503, 2020. doi:10.1103/PhysRevLett.125.142503.
- [Sjo75] M. E. Sjostrand und G. Seidel. Hyperfine resonance properties of Er^{3+} in Au. *Phys. Rev. B*, **11**:3292–3297, 1975. doi:10.1103/PhysRevB.11.3292.
- [Ste19] T. R. Stevenson, M. A. Balvin, S. R. Bandler *et al.* Magnetic calorimeter option for the Lynx x-ray microcalorimeter. *Journal of Astronomical Telescopes, Instruments, and Systems*, **5**(2):021009, 2019. doi:10.1117/1.JATIS.5.2.021009.
- [Tao71] L. J. Tao, D. Davidov, R. Orbach *et al.* Hyperfine Splitting of Er and Yb Resonances in Au: A Separation between the Atomic and Covalent Contributions to the Exchange Integral. *Phys. Rev. B*, **4**:5–9, 1971. doi:10.1103/PhysRevB.4.5.

- [Tos24] F. Toschi, B. Maier, G. Heine *et al.* Optimum filter-based analysis for the characterization of a high-resolution magnetic microcalorimeter. *Phys. Rev. D*, **109**:043035, 2024. doi:10.1103/PhysRevD.109.043035.
- [Unb08] H. Unbehauen. *Regelungstechnik I: Klassische Verfahren zur Analyse und Synthese linearer kontinuierlicher Regelsysteme, Fuzzy-Regelsysteme*. Vieweg+Teubner, Wiesbaden, 2008. doi:10.1007/978-3-8348-9491-5_8.
- [vK23] B. von Krosigk, K. Eitel, C. Enss *et al.* DELight: A Direct search Experiment for Light dark matter with superfluid helium. *SciPost Phys. Proc.*, S. 016, 2023. doi:10.21468/SciPostPhysProc.12.016.
- [War09] P. E. Warwick, I. W. Croudace und D. J. Hillegonds. Effective Determination of the Long-lived Nuclide ^{41}Ca in Nuclear Reactor Bioshield Concretes: Comparison of Liquid Scintillation Counting and Accelerator Mass Spectrometry. *Analytical Chemistry*, **81**(5):1901–1906, 2009. doi:10.1021/ac802225a.
- [Wel67] P. Welch. The use of fast Fourier transform for the estimation of power spectra: A method based on time averaging over short, modified periodograms. *IEEE Transactions on Audio and Electroacoustics*, **15**(2):70–73, 1967. doi:10.1109/TAU.1967.1161901.
- [Wel93] R. Welty und J. Martinis. Two-stage integrated SQUID amplifier with series array output. *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, **3**(1):2605–2608, 1993. doi:10.1109/77.233523.
- [Wil69] G. Williams und L. L. Hirst. Crystal-Field Effects in Solid Solutions of Rare Earths in Noble Metals. *Phys. Rev.*, **185**:407–415, 1969. doi:10.1103/PhysRev.185.407.
- [Yag23] Y. Yagi, T. Hayashi, K. Tanaka *et al.* Fabrication of a 64-Pixel TES Microcalorimeter Array With Iron Absorbers Uniquely Designed for 14.4-keV Solar Axion Search. *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, **33**(5):1–5, 2023. doi:10.1109/TASC.2023.3254488.
- [Yoo20] W. Yoon, M. A. Balvin, S. R. Bandler *et al.* Position-Sensitive Magnetic Calorimeters for Lynx. *Journal of Low Temperature Physics*, **199**(3):916–922, 2020. doi:10.1007/s10909-019-02311-6.

Danksagung

Während meiner Zeit als Doktorand und beim Verfassen dieser Arbeit haben mich viele Menschen begleitet und auf vielfältige Weise unterstützt. Hiermit möchte ich einigen dieser Menschen besonders danken.

Mein aufrichtiger Dank geht in erster Linie an Herrn Prof. Dr. Sebastian Kempf für die Möglichkeit, diese Arbeit überhaupt durchführen zu können und seine Offenheit für jegliche Art von Fragen. Dein umfangreiches Fachwissen, deine Ideen und Ratschläge haben mir immer wieder geholfen meine Arbeit voranzubringen. Auch möchte ich mich bei Herrn Prof. Dr. Christian Enss für die freundliche Übernahme des Zweitgutachtens dieser Arbeit bedanken.

Besonders danke ich auch meinen Mitpromovierenden Constantin, Martin, Lena, Friedrich, Nik, Juan Manuel, Nahuel und Jesús für das angenehme Arbeitsumfeld, die ungezwungene Atmosphäre in der Arbeitsgruppe und die tolle (jedoch nicht immer zwingend produktive) Stimmung in unserem Büro. In Erinnerung bleiben werden mir insbesondere unsere mal mehr und mal weniger fachlichen Unterhaltungen, unsere Konferenzbesuche, die zahlreichen Filmabende, die Kaffee-Verköstigungen, die schönen Feierabendrunden und vieles Weitere. Ihr habt meine Zeit als Doktorand zu einem unvergesslichen Abschnitt meines Lebens gemacht.

Mein herzlicher Dank geht auch an die beiden Postdocs Fabienne und Mathias, die bei allerlei Problemen stets hilfsbereit waren und mich unterstützt haben. Danke auch für das Korrekturlesen dieser Arbeit!

Ich danke auch den Mitarbeitenden des Instituts für Mikro- und Nanoelektronische Systeme für die Unterstützung in vielfältigen Bereichen: Stefan Wünsch für viele nette Gespräche beim Mittagstisch und deine herzliche Art, Alexander Stassen für alle technischen Fragen und für die Hilfe beim Zusammenschrauben diverser Vakuumanlagen, Frank Ruhnau für die schnelle und unkomplizierte Hilfe bei IT Problemen, Doris Duffner und Helga Scherer für alle administrativen Dinge, von denen ich keine Ahnung habe und Konstantin Ilin für die Unterstützung in der Technologie. Auch danke ich Stefan Ziegler und dem Werkstattteam für die kompetente Herstellung verschiedenster Aufbauten für Technologie und Messungen.

Vielen Dank an alle Projektpartner von PrimA-LTD, die ich auf den zahlreichen Projekttreffen kennenlernen durfte und die meine fachlichen Fragen in Bezug auf die Radionuklidmetrologie beantwortet haben. Mein besonderer Dank gilt hierbei Alexander Göggelmann für die Ermöglichung des Forschungsbesuchs bei der PTB in Braunschweig, bei dem ich sehr viel gelernt habe. Ohne deinen Datenauswertungs-Crashkurs hätte ich die Auswertung der Messdaten dieser Arbeit nicht so einfach zustande bekommen.

Herzlichen Dank auch an das Reinraumteam des Kirchhoff-Instituts für Physik in Heidelberg und insbesondere an Andreas Reifenberger für die Herstellung der RoS-Detektoren und die Deposition der Ag:Er-Schichten für das ^{55}Fe -Detektorarray.

Schließlich möchte ich meiner Familie danken, die mir immer den Rücken gestärkt und mich bei meinen Wegen stets unterstützt hat. Der wichtigste Dank gilt dir Melanie, denn ohne dich hätte ich das alles nicht geschafft. Deine bedingungslose Unterstützung, besonders in der schwierigen Endphase der Promotionszeit, und dein Verständnis für die vielen Abende und Wochenenden, die ich mit der Arbeit anstatt mit dir verbracht habe, waren von unschätzbarem Wert. Ich bin froh, dich in meinem Leben zu haben und freue mich auf unsere gemeinsame Zukunft.